

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 438 732**

51 Int. Cl.:

**B29B 9/06** (2006.01)  
**B29B 9/16** (2006.01)  
**B29B 13/02** (2006.01)  
**B29C 31/00** (2006.01)  
**C08G 63/78** (2006.01)  
**C08G 63/80** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.11.2004 E 04811075 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2013 EP 1684961**

54 Título: **Procedimiento y aparato para fabricar gránulos cristalinos de PET**

30 Prioridad:

**21.11.2003 US 717630**  
**01.10.2004 US 954349**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**20.01.2014**

73 Titular/es:

**GALA INDUSTRIES, INC. (100.0%)**  
**181 PAULEY STREET, EAGLE ROCK**  
**VIRGINIA 24085, US**

72 Inventor/es:

**ELOO, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 438 732 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 y aparato para fabricar gránulos cristalinos de PET

**Antecedentes de la invención****Campo de la invención**

5 La presente invención versa, en general, acerca de un procedimiento según la reivindicación 1 y acerca de un aparato según la reivindicación 10 para una granulación bajo agua y un secado subsiguiente de polímeros de polietilentereftalato (PET). Más específicamente, la presente invención versa acerca de un procedimiento y un aparato para granular bajo agua polímeros de PET y un secado subsiguiente de los gránulos de polímero de PET de una forma que se el procedimiento de cristalización de las partículas de PET se autoinicie y se produzcan gránulos con un nivel deseado de estructura cristalina en vez de una estructura amorfa.

**Descripción de la técnica anterior**

15 Se conocen desde hace muchos años sistemas de granulación bajo agua para producir gránulos de materiales poliméricos u otros materiales plásticos. Se mezclan los materiales de partida, tales como polímeros plásticos, agentes colorantes, aditivos, materiales de carga y agentes de refuerzo, y modificadores en amasadoras mecánicas. En el proceso, se produce una masa fundida que es extrudida o prensada a través de hileras para formar fibras que son cortadas inmediatamente por medio de cuchillas giratorias de corte en la cámara de agua de la granuladora bajo agua. Fluye continuamente agua con o sin aditivos a través de la cámara de agua para enfriar y solidificar los gránulos y fibras de polímero y transportar los gránulos fuera de la cámara de agua a través de la tubería de transporte hasta una secadora, tal como una secadora centrífuga, en la que se elimina el agua de los gránulos.

20 La industria de los polímeros lleva tiempo buscando el procesamiento de polímeros de PET en forma de gránulos utilizando sistemas de granuladora bajo agua. Un inconveniente importante de la utilización de una granulación bajo agua, al igual que otros sistemas de granulación, para procesar PET en formas de gránulos es la condición típicamente amorfa de estos gránulos cuando salen de la secadora del sistema de granuladora bajo agua. La naturaleza amorfa del gránulo resultante es provocada por el enfriamiento rápido del material de PET una vez se introduce en el flujo de agua en la cámara de agua de la granuladora bajo agua y mientras se transporta la suspensión espesa de agua y de gránulos por medio de la tubería apropiada hasta la secadora.

30 Normalmente, el aumento del flujo de agua a través de la cámara de agua de la granuladora bajo agua y el aumento de la temperatura del agua, junto con cambios de dimensión del tubo y la reducción de la distancia entre la granuladora y la unidad secadora, no ayuda a mantener suficientemente la temperatura de los gránulos. Bajo tales circunstancias, los gránulos de PET siguen saliendo de la secadora a una temperatura, normalmente inferior a 100° C, que es inferior a la temperatura a la que puede producirse una cristalización.

35 Los usuarios finales de los gránulos poliméricos de PET normalmente requieren que los gránulos se encuentren en un estado cristalino, en vez de en un estado amorfo, principalmente por dos razones, ambas relacionadas con el hecho de que el usuario final quiere procesar los gránulos de PET en una condición sustancialmente seca, con un contenido de agua nulo o casi nulo. En primer lugar, los polímeros de PET son muy higroscópicos, y los gránulos cristalinos de PET absorben considerablemente menos humedad durante el transporte y el almacenamiento que los gránulos amorfos de PET. En consecuencia, el usuario final puede secar más fácilmente los gránulos cristalinos de PET hasta el contenido de humedad nulo o casi nulo requerido. En segundo lugar, la temperatura requerida para secar completamente los polímeros de PET es mayor que la temperatura a la que los gránulos amorfos de PET se convierten en la forma cristalina. Por lo tanto, cuando se secan los gránulos amorfos de PET, es necesario conseguir primero una cristalización a la temperatura inferior requerida antes de aumentar la temperatura hasta la temperatura de secado. De lo contrario, los gránulos poliméricos amorfos de PET pueden aglomerarse y destruir la forma del gránulo.

45 Como resultado, los fabricantes de gránulos de PET deben someter, típicamente, a los gránulos amorfos de PET a una etapa secundaria de calentamiento de varias horas a temperaturas muy elevadas, normalmente superiores a 80 a 100°C, para cambiar la estructura amorfa de los gránulos a una estructura cristalina. Esta es una segunda etapa muy cara para convertir los gránulos poliméricos de PET al estado cristalino deseado.

50 Sin embargo, los usuarios finales y los fabricantes de gránulos de PET reconocen que no se requiere una cristalinidad total (100%) de los gránulos de PET para secar los gránulos de PET para un procesamiento adicional ni para ser usados en el proceso de estado sólido (SSP). Más bien, es aceptable una cristalinidad total, o una calidad de la cristalinidad utilizando el procedimiento de medición del nitrato cálcico, superior a un 30% y, preferentemente superior a un 40%, para los usuarios finales del PET. En el documento WO 03/037588 y en su solicitud correspondiente de patente U.S. n° US 2005/0062186 se muestra un procedimiento y un aparato conocidos de SSP para fabricar gránulos cristalinos de PET utilizando una granuladora bajo agua y un reactor de SSP. El documento 55 WO 03/037 588 divulga el preámbulo de la reivindicación 1.

En el documento WO 2004/033174 se divulga un enfoque alternativo en el que se granza o granula el polímero en un baño María a una temperatura superior a 100°C. Los gránulos resultantes pueden ser tratados adicionalmente en el baño María durante un periodo definido de tiempo a partir de entonces, mientras que se mantiene la temperatura elevada, para convertir el material amorfo en un material cristalino. Este sistema requiere una presurización para mantener el agua a la temperatura del punto de superebullición, seguido de un procedimiento de reducción de la presión.

En general, también se conoce inyectar aire en la corriente de salida de una suspensión espesa de agua y de gránulos de una granuladora para mejorar el transporte de la suspensión espesa de agua/gránulos. Véase, por ejemplo, la patente U.S. nº 3.988.085 y el documento DE 102 09 149. En los documentos US 5 609 892, GB 1 278 297 y US 5 290 913 se muestran técnicas anteriores adicionales relevantes para la presente invención. El documento US 5 609 892 divulga el preámbulo de la reivindicación 10.

### **Sumario de la invención**

La presente invención está dirigida a un sistema de granulación bajo agua que produce gránulos de PET en una condición lo suficientemente caliente como para el procedimiento de cristalización se autoinicie en el mismo y acabar proporcionando un carácter lo suficientemente cristalino, de forma que los gránulos de PET no requieran una etapa aparte de calentamiento para experimentar un procesamiento por parte del usuario final. Se ha descubierto que esta condición de calor elevado puede llevarse a cabo al reducir el tiempo de estancia de los gránulos en la suspensión espesa de agua para dejar suficiente calor en los gránulos de PET durante la etapa de secado, de forma que se inicie el procedimiento de cristalización desde el interior de los gránulos. Para hacer esto, es necesario separar los gránulos del agua en cuanto sea posible y aumentar significativamente la velocidad del flujo de gránulos desde la salida de la granuladora bajo agua y al interior y a través de la secadora. Los gránulos calientes que salen de la secadora pueden ser transportados sobre un transportador vibratorio convencional u otro equipo vibratorio o de manipulación durante un tiempo suficiente como para conseguir la cristalinidad deseada y evitar su aglomeración. Los gránulos también pueden ser almacenados en una condición de conservación del calor, tal como en un recipiente aislante del calor, para completar el procedimiento deseado de cristalización. Por ejemplo, deberían ser aceptables recipientes de acero o de plástico recubiertos, en vez de las cajas de acero inoxidable utilizadas convencionalmente.

La separación temprana de gránulo/agua y la mayor velocidad de los gránulos a través del sistema de granuladora se llevan a cabo según la presente invención al inyectar aire u otro gas adecuado en la tubería de transporte que conduce desde la granuladora hasta la secadora justo después de que la suspensión espesa de gránulos cortados y de agua sale de la cámara de agua de la unidad granuladora. Se ha descubierto que el aire inyectado sirve para separar el agua de los gránulos en la tubería de transporte al convertir el agua en neblina de vapor de agua, acelera significativamente el transporte de los gránulos hasta la secadora, y a través de la misma, y puede servir para generar una temperatura de los gránulos que salen de la secadora que es suficientemente alta como para iniciar el procedimiento de cristalización en los gránulos. Específicamente, aunque los gránulos poliméricos de PET pueden salir de la secadora en una condición amorfa, sigue habiendo suficiente calor remanente en el interior de los gránulos para que se produzca una cristalización. El grado de la cristalización es suficiente como para eliminar la necesidad de la segunda etapa de calentamiento requerida hasta ahora para fabricar los gránulos de PET utilizando los sistemas anteriores de granulación bajo agua.

El aire introducido en el conducto para la suspensión espesa que conduce hasta la secadora inmediatamente después de la salida del depósito de agua se encuentra a una velocidad muy elevada. Se ha descubierto que un caudal desde al menos 100 metros cúbicos (m<sup>3</sup>)/hora, hasta aproximadamente 175 m<sup>3</sup>/hora, o más, a través de una válvula con una presión de 800 kPa y al interior de conducto de tubería para la suspensión espesa de 3,81 cm produce la velocidad del aire requerida para la presente invención. El volumen de aire introducido en la suspensión espesa de agua y de gránulos que sale produce una mezcla total de gas/suspensión espesa en forma de neblina y es probable que tenga un componente de gas del 98% - 99% o más por volumen de la mezcla total. La inyección de aire en el conducto para la suspensión espesa aumenta muchísimo la velocidad del flujo de gránulos desde la cámara de agua hasta la salida de la secadora a una tasa inferior a un segundo. Aunque el aire es el gas preferente teniendo en cuenta su naturaleza inerte y inmediata disponibilidad, se podrían utilizar otros gases inertes tales como nitrógeno o gases similares. También se podrían emplear otros procedimientos de aceleración de la velocidad de los gránulos que separarían comparablemente el agua líquida de los gránulos y acelerarían los gránulos desde la granuladora hasta la salida de la secadora.

Preferentemente, la tubería para la suspensión espesa incluye una válvula de bola u otro mecanismo de válvula después del punto de inyección de aire. La válvula de bola permite que el operario regule mejor el tiempo de estancia de los gránulos en la tubería y en la secadora, y sirve para reducir significativamente o eliminar cualquier vibración en el tubo para la suspensión espesa hasta la secadora. La válvula de bola o el mecanismo de válvula también parece proporcionar una condición mejorada de neblina de vapor de agua en el tubo para la suspensión espesa corriente abajo del mecanismo de válvula.

- Se ha encontrado que se pueden formar gránulos cristalinos de PET según el procedimiento y el aparato de la presente invención si se reduce suficientemente el tiempo de estancia de los gránulos desde el punto de formación por medio de las cuchillas de corte en la cara de la hilera hasta la salida de la secadora centrífuga mediante la inyección de aire u otro gas a alta velocidad en el conducto para la suspensión espesa. Aunque los gránulos mayores pierden su calor más lentamente de forma que retienen una temperatura lo suficientemente alta tras la salida para experimentar una cristalización a menores velocidades de aire inyectado, tales como 100 m<sup>3</sup>/hora, según aumenta la velocidad del aire los gránulos más pequeños con una temperatura menor de salida también exhiben niveles aceptables de cristalización. Por lo tanto, la separación rápida de los gránulos del agua y el menor tiempo de estancia garantiza que los gránulos de PET salen de la secadora del sistema de granulación bajo agua mientras que retiene suficiente calor dentro de los gránulos para conseguir la cristalización deseada en los gránulos amorfos, en particular si los gránulos son transportados desde la secadora por medio de un transportador vibratorio que mantiene el calor durante un tiempo suficiente como para conseguir el nivel deseado de cristalinidad, y/o almacenados de forma apropiada en un recipiente aislante del calor. Como resultado, se elimina la necesidad de una etapa secundaria de calentamiento.
- 5
- 10
- 15 Cuando se transportan alejándose de la secadora en un transportador vibratorio, se ha descubierto que el transporte durante un tiempo desde aproximadamente 20 segundos hasta aproximadamente 90 segundos, o más, es suficiente para conseguir la cristalinidad deseada. El tiempo preferente de transporte es de aproximadamente 30 segundos hasta 60 segundos, y el más preferente es de aproximadamente 40 segundos.
- 20 En consecuencia, un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento y un aparato para procesar polímeros de PET en un sistema de granulación bajo agua que pueda producir una cristalización en los gránulos de PET que salen de la secadora.
- Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento y un aparato para producir una cristalización en los gránulos poliméricos de PET utilizando un sistema de granulación bajo agua sin la necesidad de una etapa secundaria costosa de calentamiento para convertir gránulos amorfos de PET en gránulos cristalinos de PET.
- 25 Un objeto adicional de la presente invención es proporcionar un procedimiento y un aparato para la granulación bajo agua del polímero de PET en los que se inyecta un gas inerte en la suspensión espesa de agua y de gránulos que sale de la granuladora para producir una forma de neblina de vapor de agua del tratamiento de la suspensión espesa, proporcionando de ese modo una mejor retención del calor en los gránulos transportados.
- Otro objeto adicional de la presente invención es proporcionar un procedimiento y un aparato para una granulación bajo agua del polímero de PET según el objeto precedente en el que se transportan rápidamente gránulos a través del equipo mediante la inyección de aire con un caudal de al menos 100 m<sup>3</sup>/hora, hasta aproximadamente 175 m<sup>3</sup>/hora o más, de forma que se reduzca lo suficientemente el tiempo de estancia de los gránulos antes de salir de la secadora para generar una cristalización del orden de un 30% - 40% de la cristalización total (100%).
- 30
- 35 Otro objeto aún de la presente invención es proporcionar un procedimiento y un aparato para producir gránulos poliméricos de PET utilizando un sistema de granulación bajo agua en el que los gránulos que salen de la secadora tienen suficiente calor remanente en los gránulos para que se produzca al menos un 35% de una cristalización total de los gránulos de PET sin un calentamiento subsiguiente.
- Otro objeto adicional de la presente invención es proporcionar un procedimiento y un aparato de granulación bajo agua para producir gránulos de PET en los que se reduce el tiempo de estancia de los gránulos de PET desde el momento de la extrusión en la cara de la hilera hasta la salida de la secadora centrífuga hasta menos de aproximadamente un segundo por medio de una inyección de gas en el conducto para la suspensión espesa desde la granuladora hasta la secadora.
- 40
- 45 Otro objeto adicional de la presente invención es proporcionar un procedimiento y un aparato de granulación bajo agua para producir gránulos de PET según el objeto precedente en el que se regula el tiempo de estancia utilizando un mecanismo de válvula para una presurización mejorada de la neblina de vapor de agua corriente abajo de la válvula en el conducto para la suspensión espesa.
- Otro objeto de la presente invención es proporcionar un sistema de granulación bajo agua en el que los gránulos calientes que salen de la secadora son transportados sobre un transportador vibratorio u otro equipo vibratorio o de manipulación para conseguir una cristalización casi uniforme en la totalidad de un volumen dado de salida de gránulos.
- 50
- Estos, junto con otros objetos y ventajas que serán subsiguientemente evidentes, residen en los detalles de construcción y de operación de la invención como se describirá y reivindicará plenamente más adelante, haciéndose referencia a los dibujos adjuntos que forman parte de la misma, en los que los números similares hacen referencia a partes similares.
- 55

**Breve descripción de los dibujos**

La Figura 1 es una ilustración esquemática de un sistema de granulación bajo agua, que incluye una granuladora bajo agua y una secadora centrífuga fabricadas y comercializadas por Gala Industries, Inc. ("Gala") de Eagle Rock, Virginia, EE. UU., con inyección de aire y un transportador vibratorio según la presente invención.

5 Las Figuras 2A y 2B son ilustraciones esquemáticas de vistas lateral y en alzado, respectivamente, del transportador vibratorio de la Figura 1.

La Figura 3 ilustra ciertos componentes del sistema de granulación bajo agua mostrado en la Figura 1 durante un modo de derivación cuando se ha parado la línea de procesamiento.

10 La Figura 4 es una ilustración esquemática que muestra un procedimiento y un equipo preferentes para la inyección de aire (o gas) en el conducto para la suspensión espesa desde la granuladora hasta la secadora según la presente invención.

La Figura 5 es una ilustración esquemática que muestra un procedimiento y un equipo preferentes para la inyección de aire (o gas) en el conducto para la suspensión espesa desde la granuladora hasta la secadora con una válvula de bola en el conducto para la suspensión espesa, según la presente invención.

**15 Descripción detallada de la invención**

Al describir las realizaciones preferentes, se recurrirá a terminología en aras de la claridad. Se pretende que cada término contemple su significado más amplio tal como lo entienden los expertos en la técnica e incluya todos los equivalentes técnicos que operen de forma similar para conseguir un fin similar. Por ejemplo, el término "agua" no solo incluye la propia agua, sino también agua con uno o más aditivos incluidos, que son añadidos al agua durante la etapa de granulación bajo agua para diversos fines utilizados por los expertos en la técnica de granulación bajo agua.

En la Figura 1 se muestra de forma esquemática un sistema de granulación bajo agua para ser utilizado en asociación con la presente invención y se designa, en general, por el número 10 de referencia. El sistema 10 incluye una granuladora 12 bajo agua, tal como una granuladora bajo agua Gala, con un cubo y cuchillas 14 de corte mostrados separados de la cámara 16 de agua y de la placa 18 de hileras. En el sistema 10 de granulación bajo agua, se suministra el polímero de PET desde encima desde un tanque de polímero (no mostrado) a un cambiador 20 de criba que elimina cualquier partícula sólida u otro material. Entonces, se alimenta el polímero de PET a través de una bomba 22 de engranajes para controlar y mantener un flujo uniforme del polímero en el desviador 24 de polímeros y la placa 18 de hileras. Típicamente, se extrude el polímero de PET a través de agujeros en la placa de hileras a una temperatura de aproximadamente 260° C. Las fibras de polímero de PET formadas por medio de los agujeros de la hilera entran en la cámara 16 de agua y son cortadas por el cubo y las cuchillas 14 de corte formando los gránulos deseados. Fluye agua fría al interior de la cámara 16 de agua a través del tubo 26 y la suspensión espesa de agua y de gránulos cortados sale a través del tubo 28.

Entonces, se transporta la suspensión espesa de agua y de gránulos a través del conducto 30 para la suspensión espesa al interior de una secadora 32, tal como una secadora centrífuga Gala, en la entrada 33. Los gránulos son secados en la secadora 32 y salen de la secadora en 34. El agua eliminada de los gránulos secados sale de la secadora 32 a través del tubo 38 y es transportada por la bomba 40 hasta una criba 42 de eliminación de finos y de ahí al interior de un depósito 44 de agua a través del tubo 46. El agua reciclada sale del depósito 44 de agua a través del tubo 48 y de la bomba 50 al interior de un intercambiador 52 de calor del agua para reducir la temperatura del agua. El agua enfriada es reciclada a través del tubo 54 pasando por la válvula 56 de derivación y el tubo 58 hasta el tubo 26 de entrada y luego al interior de la cámara 16 de agua.

Según la presente invención, se inyecta aire en el sistema de granulación bajo agua en el conducto 30 para la suspensión espesa en el punto 70, preferentemente cerca del comienzo del conducto 30 para la suspensión espesa adyacente a la salida desde la cámara 16 de agua, para mejorar el transporte de los gránulos de PET en el conducto 30 para la suspensión espesa y mantener los gránulos de PET a una temperatura lo suficientemente alta para fomentar la cristalización deseada.

Se inyecta convenientemente el aire en el conducto 30 para la suspensión espesa en el punto 70 utilizando un conducto convencional de aire comprimido disponible normalmente en la mayoría de fábricas, tal como con un compresor neumático, y una válvula estándar de bola suficiente para producir un flujo de aire de alta velocidad en el conducto 30 para la suspensión espesa. Esto se consigue fácilmente por medio de un caudal de al menos 100 m<sup>3</sup>/hora a través de una válvula estándar de bola a una presión de 800 kPa al interior de un conducto para la suspensión espesa que comprende tubo estándar de 3,81 cm. Cuando este aire (u otro gas) de alta velocidad hace contacto con el agua y los gránulos calientes genera una neblina de vapor de agua. Los gránulos tienden a dispersarse a la circunferencia interior del tubo mientras se desplazan rápidamente a través del mismo hasta la secadora. Se estima que el volumen de aire en la mezcla total de gas/suspensión espesa es del orden de un 98% - 99% o más por volumen de la mezcla total. El aire inyectado en el conducto 30 para la suspensión espesa en el punto 70 aumenta la velocidad del flujo de gránulos desde la cámara 16 de agua hasta la salida 34 de la secadora 32 hasta una tasa de menos de un segundo.

La temperatura media de los gránulos poliméricos de PET que salen de la secadora 32 en 34 según la presente invención debería ser superior a aproximadamente 145° C con un caudal de 100 m<sup>3</sup>/hora, pero puede ser menor cuando se aumenta el caudal hasta 175 m<sup>3</sup>/hora. Con tal acción de aceleración de la velocidad de los gránulos de alta velocidad, los gránulos de PET retienen suficiente calor dentro de los gránulos para iniciar la cristalización en la misma, sin la necesidad de una etapa secundaria de calentamiento.

Preferentemente, los gránulos que salen de la secadora son dirigidos a través de una unidad de vibración, tal como un transportador vibratorio 84, como se muestra en las Figuras 2A y 2B. Mediante agitación y mezclado de los gránulos que se cristalizan en el transportador vibratorio 84, se evitan variaciones en las temperaturas de los gránulos que pueden producirse, si no, mediante la proximidad de gránulos individuales a la pared de contención, en contraposición a la inmersión entre otros gránulos, por ejemplo. En cambio, mejora mucho la uniformidad en la temperatura y en el grado resultante de cristalización. Además, se contrarresta la adhesividad resultante de las temperaturas elevadas de los gránulos mediante el empuje y el movimiento relativo de los gránulos, que evitan cualquier aglomeración o adherencia de los gránulos a la estructura circundante de pared.

Para fines de cristalización, se ha descubierto que los gránulos deberían permanecer en el transportador vibratorio entre aproximadamente 20 y aproximadamente 90 segundos, o más, preferentemente entre aproximadamente 30 y aproximadamente 60 segundos, y lo más preferentemente aproximadamente 40 segundos. Durante este tiempo, el transportador vibratorio retiene suficiente calor para mantener los gránulos a una temperatura lo suficientemente elevada para completar la cristalización deseada. Los gránulos más grandes que tienen una temperatura de salida del orden de 145° debido a su mayor masa pueden requerir únicamente 10 segundos a esa temperatura dentro de los que se consigue una cristalización de un 40%. Con su masa más pequeña y un área superficial relativamente mayor, los gránulos más pequeños que tienen una temperatura de salida de aproximadamente 127°C pueden requerir 20 segundos a esa temperatura para completar la cristalización deseada. El tiempo restante en el transportador vibratorio permite que se enfríen los gránulos en un grado mayor o menor.

Si se requiere un enfriamiento adicional debido, por ejemplo, a la incapacidad del operario para almacenar, utilizar o transportar gránulos calentados desde la salida del transportador vibratorio, entonces se pueden añadir ventiladores en tal salida o el transportador vibratorio puede estar diseñado para proporcionar un tiempo de estancia de hasta aproximadamente dos minutos. En general, la temperatura de los gránulos es de aproximadamente 128°C en la entrada del transportador vibratorio, y entre 60°C y 110°C en la salida del mismo, dependiendo de si el operario ha proporcionado o no un enfriamiento neumático adicional directamente en el transportador para producir gránulos que están completamente enfriados para fines de manipulación (60°C) o, en vez de ello, solo requiere que los gránulos sean cristalinos (110°C) después de salir del transportador vibratorio. La temperatura preferente de salida para la mayoría de fines es de menos de 80°C, mientras que una mayor temperatura de viscosidad superficial (<100°C) es suficiente para algunas calidades de polímero de PET.

Si no se utiliza una unidad vibratoria, o además de la unidad vibratoria, los gránulos poliméricos de PET que salen de la secadora 32 pueden ser colocados en recipientes aislantes del calor apropiados, de forma que el calor retenido en los gránulos de PET sea suficiente para completar el procedimiento deseado de cristalización, antes de que los gránulos se enfríen por debajo de la temperatura de cristalización.

En el modo de derivación mostrado en la Figura 3, el agua reciclada atraviesa la derivación 56 hasta el interior del tubo 60 y luego al interior del conducto 30 para la suspensión espesa. En el modo de derivación, se cierra la válvula 62 y la suspensión espesa de agua/gránulos en el conducto 30 y la cámara 16 de agua, junto con el agua en el conducto 26 de entrada puede drenarse del sistema por la válvula 64 de drenaje.

La Figura 4 ilustra de forma esquemática una disposición preferente para la inyección de aire en el conducto para la suspensión espesa de un sistema de granulación bajo agua según la presente invención y está designada, en general, por el número 100 de referencia. La granuladora 102 bajo agua ilustrada es un modelo Gala n° A5 PAC 6, con un tubo 104 de entrada de agua y un tubo 106 de salida de suspensión espesa. La secadora 108 ilustrada es un modelo Gala n° 12.2 ECLN BF, con entrada 110 de suspensión espesa en la parte superior. Dado que la salida de la granuladora 102 bajo agua al interior del conducto 106 para la suspensión espesa se encuentra significativamente por debajo de la entrada 110 a la secadora centrífuga 108, cuando ambas se encuentran a nivel en el suelo de una fábrica, es necesario transportar la suspensión espesa de agua y de gránulos hacia arriba desde la salida de la granuladora hasta la entrada de la secadora. Por lo tanto, la suspensión espesa de agua y de gránulos se mueve a través de la válvula 112 pasando por el recodo inclinado 114, a través del conducto inclinado 116 para la suspensión espesa, pasando por el recodo ampliado 118 y luego hasta la entrada 110 de la secadora 108. La inyección de aire pasa por la boquilla o la válvula 120 y directamente en el recodo inclinado 114.

Como se muestra en la Figura 4, el conducto inclinado 116 para la suspensión espesa es preferentemente recto y tiene un recodo ampliado 118 en su extremo de salida. El recodo ampliado facilita la transición de la suspensión espesa de agua y de gránulos de alta velocidad desde el conducto recto 116 para la suspensión espesa hasta la entrada 110 de la secadora y reduce una aglomeración potencial en el interior de la secadora 108. Además, la inyección de aire en el recodo inclinado 114 es preferentemente en línea con el eje del conducto 116 para la

suspensión espesa para maximizar el efecto de la inyección de aire en la suspensión espesa de agua y de gránulos y para mantener una aspiración constante de la mezcla de aire/suspensión espesa.

5 Aunque el ángulo entre el eje vertical del conducto 116 para la suspensión espesa y el eje longitudinal del conducto inclinado 116 para la suspensión espesa sea más preferentemente de aproximadamente 45°, como se muestra en la Figura 4, un intervalo preferente es de 30° - 60°. Además, el ángulo puede variar desde 0° hasta 90°, y aún más en el caso de que la salida de la suspensión espesa de agua y de gránulos de la granuladora 102 se encuentre más elevada que la entrada 110 a la secadora 108 cuando, por ejemplo, se colocan la granuladora y la secadora en distintos niveles en la planta o los alzados de los componentes son distintas que las mostradas en la Figura 4.

10 Con la inyección de aire como se ha descrito, el tiempo de estancia de los gránulos desde la cámara de agua hasta la salida es de menos de un segundo que se ha descubierto que produce gránulos con la cristalización deseada. Sin embargo, en otra realización preferente, se coloca una segunda válvula de bola o un segundo mecanismo 150 de válvula después del punto de inyección de aire, como se muestra en la Figura 5. El mecanismo 150 de válvula sirve para regular mejor el tiempo de estancia de los gránulos en el conducto para la suspensión espesa mientras que se mantiene suficiente presión de descarga en la cámara de corte. Este segundo mecanismo de válvula no solo permite la regulación del tiempo de estancia de los gránulos en el conducto para la suspensión espesa sino que también reduce de forma significativa la vibración en el tubo para la suspensión espesa. Además, la presurización resultante de la cámara con inyección de aire parece que mejora la neblina de vapor de agua generada en el tubo para la suspensión espesa corriente abajo, mejorando los resultados obtenidos con gránulos más pequeños en particular.

### Ejemplos de ensayo

#### 20 Primer conjunto de ensayos

Se extruyó continuamente polímero fundido de PET al interior de un sistema total de granulación bajo agua como se ilustra en la Figura 1, utilizando una granuladora bajo agua Gala modelo nº A5 PAC 6 y una secadora centrífuga Gala modelo nº 12.2 ECLN BF, en la disposición mostrada en la Figura 3. La temperatura de la masa fundida fue de aproximadamente 265° C y se varió la velocidad de la cuchilla de corte en la granuladora 102 entre 2500 y 4500 RPM. La placa de hileras era típica para polímeros de PET y se utilizó una placa de hileras típica de 3,5 mm con partes planas alargadas. La velocidad de la masa fundida a través de los agujeros de la hilera durante los ensayos fue constante, de 40 kg/agujero/h.

30 El tubo para el conducto 116 para la suspensión espesa era un tubo estándar de 3,81 cm y su longitud era de 4,5 metros. Se mantuvo constante la velocidad de la secadora centrífuga 108 durante los ensayos, y también se mantuvo constante el flujo de aire contracorriente a través de la secadora 108 durante los ensayos. No se utilizó una unidad vibratoria.

Se varió el caudal de inyección de aire a la boquilla o la válvula 120 desde 0 hasta un máximo de 100 m<sup>3</sup>/hora, como se indica en la Tabla 1 a continuación, y también se varió el flujo de agua y el tamaño de los gránulos, de nuevo como se indica en la Tabla 1 a continuación.

35 Los parámetros y los resultados del primer conjunto de ensayos están definidos en la Tabla 1 a continuación.

**TABLA 1**

Ensayo	Tamaño de los gránulos (mm)	Peso de un gránulo (g)	Temperatura del agua (°C)	Caudal del agua (m <sup>3</sup> /h)	Caudal de inyección de aire (m <sup>3</sup> /h)	Temperatura de los gránulos (°C)	Calidad de la cristalinidad (%)
1	5,5 × 3,0	0,032	76	13	100	155	98
2	4,5 × 3,0	0,0299	74	13	100	152	98
3	4,5 × 3,0	0,0306	71	19	0	105	0
4	4,0 × 2,6	0,0185	64	19	100	130	60
5	3,5 × 3,0	0,0256	69	18	100	136	80
6	4,1 × 3,1	0,0267	73	18	100	146	98

La temperatura de los gránulos y el porcentaje de cristalinidad definidos en las últimas dos columnas de la Tabla 1 fueron determinados al examinar el producto que salía de la secadora 108 al final de cada ensayo. Específicamente,

5 cuando se inspeccionaron visualmente los gránulos se determinó aproximadamente cuántos de los 100 gránulos habían experimentado un cambio de color que indica una transformación a un estado más cristalino. Por ejemplo, en el ensayo 5, aproximadamente 80 de 100 gránulos indicaron un cambio de color. También se determinó la temperatura de los gránulos en función de la superficie utilizando un medidor infrarrojo de temperatura. Utilizando estas técnicas de medición externa no pudo determinarse el grado en el que los gránulos podían haberse cristalizado “totalmente”, indicando una cristalización “total” un estado en el que cada gránulo es completamente cristalino en toda su estructura individual. Sin embargo, para una aplicación práctica se descubrió que los gránulos estaban cristalizados suficientemente para los fines de los usuarios finales de PET, demostrando efectivamente una cristalización de al menos un 30-40% durante un ensayo subsiguiente, sin necesidad de ningún procesamiento adicional de calentamiento/cristalización.

10 Con un caudal de inyección de aire de 100 m<sup>3</sup>/hora, es preferente que la temperatura mínima para que los gránulos poliméricos de PET salgan de la secadora sea de 135°C, cuando los gránulos tienen los tamaños utilizados en los anteriores ensayos. Sin embargo, se puede obtener una cristalización adecuada a temperaturas menores de salida con esta invención si se fabrican gránulos de PET de menor tamaño, siempre que se aumente la velocidad de inyección de aire.

Segundo conjunto de ensayos

20 Se extruyó polímero fundido de PET al interior de un sistema total de granulación bajo agua como se ilustra en la Figura 1, utilizando una granuladora bajo agua Gala modelo n° A5 PAC 6 y una secadora centrífuga Gala modelo n° 12.2 ECLN BF, en la disposición mostrada en la Figura 3. La temperatura de la masa fundida fue de aproximadamente 265° C y se varió la velocidad de la cuchilla de corte en la granuladora 102 entre 2500 y 4500 RPM. Las placas de hileras utilizadas eran típicas para polímeros de PET. Se mantuvo constante la velocidad de la secadora centrífuga 108 durante los ensayos, y también se mantuvo constante el flujo de aire contracorriente a través de la secadora 108 durante los ensayos. Se utilizó un transportador vibratorio 84 para recibir los gránulos que salían de la secadora.

25 Se varió el caudal de inyección de aire a la boquilla o la válvula 120 desde 0 hasta un máximo de 175 m<sup>3</sup>/hora, como se indica en la Tabla 2 a continuación, y también se varió el flujo de agua y el tamaño de los gránulos, de nuevo como se indica en la Tabla 2 a continuación.

Los parámetros y los resultados del segundo conjunto de ensayos están definidos en la Tabla 2 a continuación.

**TABLA 2**

Muestra	Tamaño de los gránulos (mm)	Peso de un gránulo (g)	Temperatura del agua (°C)	Caudal del agua (m <sup>3</sup> /h)	Caudal de inyección de aire (m <sup>3</sup> /h)	Temperatura de los gránulos (°C)	Cantidad de gránulos A-C [%] A= amorfo C = cristalino	Calidad de la cristalinidad (%)
10	3,5 × 2,6	0,015	77	20	175	147	100% C	43,1
11	2,5 × 3,5	0,015	78	22	0	107	10% C	6,9-30,9
11	3,5 × 2,5	0,015	78	22	0	107	90% A	3,5
12	2,7 × 2,7	0,015	78	17	175	129	100% C	43,9
13	2,4 × 3,0	0,015	78	24	0	109	12% C	10,8-35,6
13	2,4 × 3,0	0,015	78	24	0	109	88% A	3,7
14	2,6 × 3,1	0,012	78	22	175	128	100% C	44,1
15	2,6 × 3,1	0,012	78	25	0	95	100% A	3,3
16	2,0 × 2,7	0,011	72	20	175	123	100% C	38,9
17	2,4 × 2,4	0,010	75	25	175	117	100% C	43,0
18	2,2 × 2,2	0,008	79	24	175	116	98% C	38,9

30 Las muestras 10 y 11 fueron sometidas a ensayo en las mismas condiciones, excepto que se sometió la Muestra 10 con inyección de aire a un caudal de 175 m<sup>3</sup>/hora y se sometió la Muestra 11 sin inyección de aire. De forma similar,

las Muestras 12 y 13, y las Muestras 14 y 15, fueron sometidas a las mismas condiciones con respecto a cada par, con la excepción de la inyección de aire. Las Muestras 16, 17 y 18 no tuvieron ensayos correspondientes en ausencia de aire porque el tamaño de los gránulos era demasiado pequeño para un procesamiento eficaz sin inyección de aire.

5 A partir de los resultados del segundo conjunto de ensayos, se puede ver claramente que el procedimiento de inyección de aire es esencial para mantener un gránulo cristalino, específicamente cuando se intenta conseguir pesos de gránulo inferiores a 0,015 g/gránulo que, en la mayoría de los casos, es el objetivo del cliente. En comparación con el primer conjunto de ensayos que, cuando se resume en la solicitud en tramitación como la presente, con n° de serie 10/717.630 incorporado en el presente documento, se concluye que se requirió una temperatura mínima de salida, los resultados del segundo conjunto de ensayos han aclarado la importancia de la velocidad de la inyección de aire para conseguir la cristalinidad deseada.

10 Se determinaron la temperatura de los gránulos y el porcentaje de cristalinidad según están definidos en las columnas segunda y tercera desde la derecha de la Tabla 2 mediante examen visual y utilizando un medidor infrarrojo de temperatura, ambos como se ha descrito anteriormente en conexión con el primer conjunto de ensayos. Sin embargo, subsiguientemente al momento en el que se llevó a cabo el primer conjunto de ensayos se determinó que se pueden medir la cristalinidad total, o la calidad de cristalinidad, utilizando el procedimiento de medición del nitrato cálcico. La columna de la derecha muestra los resultados de tal evaluación.

15 Con el procedimiento de inyección de aire según la presente invención, se pueden producir gránulos de PET de diversos tamaños con una calidad aceptable de cristalinidad. Esto es posible incluso con pesos de gránulos de solo 0,008 g/gránulo siempre que se inyecte aire con una velocidad lo suficientemente alta. En cambio, utilizando dispositivos operativos de la técnica anterior para una tecnología de granulación incluyendo aquellos que utilizan tramos sumamente cortos de tubos y flujos de agua muy elevados, solo se puede producir un cierto porcentaje, aproximadamente entre 10 – 12%, de gránulos cristalinos. Sin embargo, estos gránulos producidos de esta manera contienen una variación significativa de la cristalinidad desde aproximadamente un 6,9% hasta un 35,6%. Este grado limitado de homogeneidad en los gránulos no es aceptable. Además, si se reducía el tamaño de los gránulos hasta 0,012 g/gránulo o menos, solo por medio del procedimiento de inyección de aire de la presente invención era posible obtener una producción en la que el 100% de los gránulos cristalizaran con al menos un 35% de calidad de la cristalinidad. Se ha descubierto que el PET con un porcentaje de cristalinidad superior al 35% es lo suficientemente cristalino para el proceso de estado sólido (SSP) y, por lo tanto, es aceptable para los usuarios finales de PET.

20 Como se ha resumido anteriormente, los conjuntos primero y segundo de ensayos fueron llevados a cabo con caudales de aire de 100 m<sup>3</sup>/hora y 175 m<sup>3</sup>/hora, respectivamente. También se pueden utilizar mayores caudales de aire del orden de 200 m<sup>3</sup>/hora o más, según se requiera por cambios del flujo de aire y del caudal de los gránulos.

25 Aunque la presente invención es particularmente aplicable a una granulación bajo agua de polímeros de PET, se cree que otros polímeros que se cristalizan a temperaturas elevadas y que mantienen calor cuando son sometidos a temperaturas elevadas también pueden ser apropiados para la presente invención. Tales polímeros incluyen ciertas calidades de poliuretano termoplástico (TPU), copolímeros de PET y/o mezclas de PET.

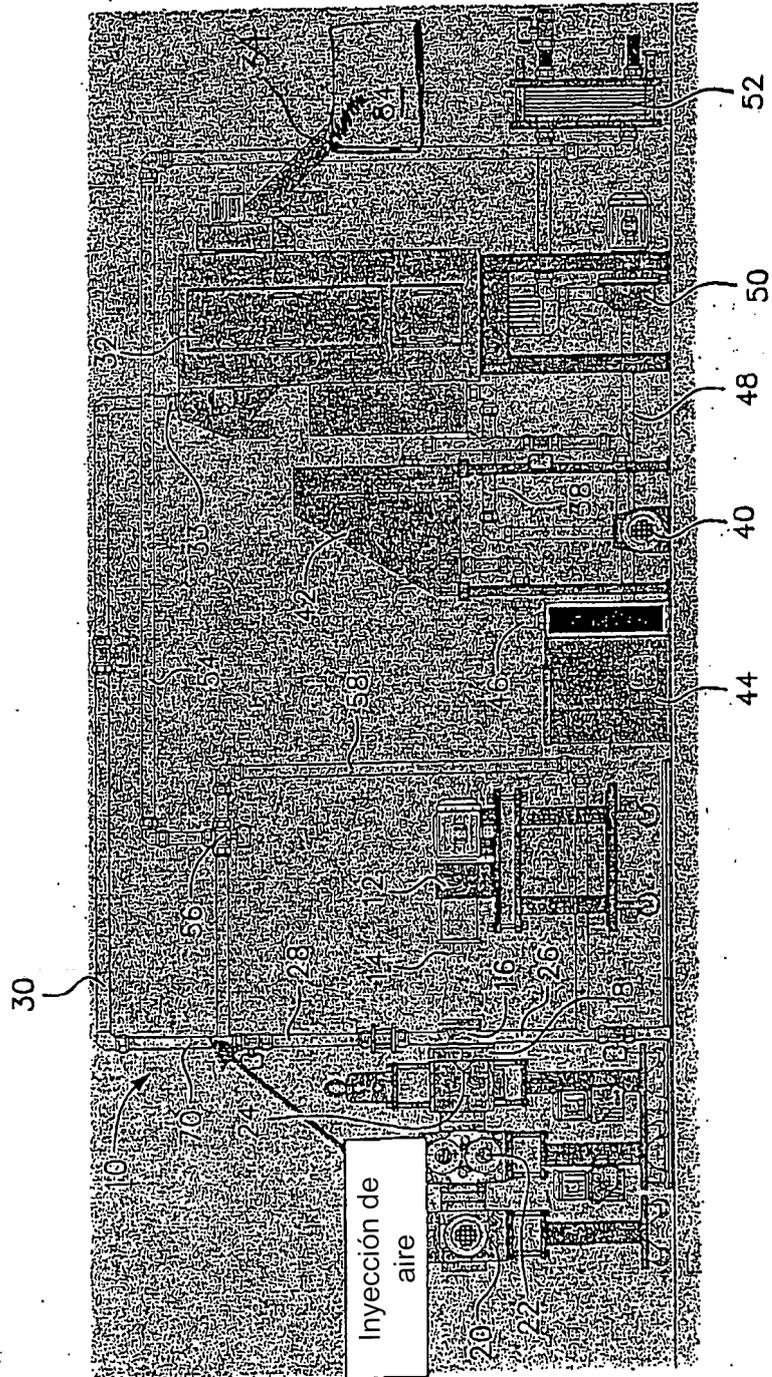
30 Se considera que lo anterior es únicamente ilustrativo de los principios de la invención. Dado que se les ocurrirán fácilmente modificaciones y cambios a los expertos en la técnica, no se desea limitar la invención a la construcción y operación exactas mostradas y descritas. En consecuencia, se puede recurrir a todos los equivalentes y las modificaciones adecuados, que se encuentren dentro del ámbito de la invención.

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para procesar polímeros de PET y dar gránulos cristalinos de PET que incluye las etapas de extrudir fibras de polímero de PET a través de una placa (18) de hileras al interior de una granuladora (12, 102) bajo agua, cortar las fibras de polímero de PET en gránulos en dicha granuladora, transportar dichos gránulos de PET fuera de dicha granuladora y al interior de una secadora (32, 108) como una suspensión espesa de agua y de gránulos y secar dichos gránulos de PET en dicha secadora, **caracterizado porque** dicha etapa de transportar dichos gránulos de PET incluye inyectar un gas inerte a alta velocidad en dicha suspensión espesa de agua y de gránulos para aumentar la velocidad de dichos gránulos al entrar y salir de dicha secadora y para hacer que dichos gránulos de PET que salen de dicha secadora tengan un calor interno suficiente para la autocristalización de dichos gránulos.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** se mantienen en movimiento dichos gránulos de PET que salen de dicha secadora por medio de una unidad vibratoria (84) durante el cual dichos gránulos de PET continúan la autocristalización.
3. El procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** dicha inyección del gas inerte a alta velocidad en dicha suspensión espesa de agua y de gránulos convierte el agua en una neblina de vapor de agua.
4. El procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** dichos gránulos de PET salen de dicha secadora con una temperatura media superior a aproximadamente 125°C, y preferentemente superior a 135°C.
5. El procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** se inyecta dicho gas en dicha suspensión espesa de agua y de gránulos a una velocidad de al menos 100m<sup>3</sup>/h, y preferentemente de unos 175 m<sup>3</sup>/hora.
6. El procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** dicho gas es aire inyectado a una velocidad de entre aproximadamente 100-175 m<sup>3</sup>/hora.
7. El procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** dicho gas es inyectado en dicha suspensión espesa de agua y de gránulos sustancialmente en alineación con una línea de desplazamiento de dicha suspensión espesa.
8. El procedimiento según la reivindicación 7, **caracterizado porque** dicha línea de desplazamiento de dicha suspensión espesa gira con un ángulo entre 30° y 60° y dicho gas es inyectado en dicho viraje.
9. El procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado porque** dicho tiempo de estancia de dichos gránulos en dicho conducto para la suspensión espesa es regulado por medio de una válvula (150) de bola corriente abajo de dicha inyección de aire.
10. Un aparato para procesar polímeros de PET y dar gránulos autocristalizados que incluye una granuladora (12, 102) bajo agua para cortar fibras de polímero de PET extrudidas al interior de dicha granuladora formando gránulos, una tubería (26, 104) para introducir agua en dicha granuladora y un conducto (28, 30, 106, 116) para la suspensión espesa para transportar una suspensión espesa de agua y de gránulos fuera de dicha granuladora y al interior de una secadora (32, 108), **caracterizado porque** un inyector (120) introduce gas inerte a alta velocidad en dicho conducto (116) para la suspensión espesa de agua y de gránulos de PET para separar el agua de los gránulos en la tubería y aumentar la velocidad de dichos gránulos al entrar y salir de dicha secadora y para hacer que dichos gránulos de PET que salen de dicha secadora tengan suficiente calor interno para la autocristalización de dichos gránulos.
11. El aparato según la reivindicación 10, **caracterizado porque** dicho gas inerte a alta velocidad convierte el agua en dicho conducto para la suspensión espesa en una neblina de vapor de agua.
12. El aparato según la reivindicación 10, **caracterizado porque** dicho gas inerte inyectado a alta velocidad está a una velocidad de entre aproximadamente 100-175 m<sup>3</sup>/hora.
13. El aparato según la reivindicación 10, **caracterizado porque** dicha secadora es una secadora centrífuga.
14. El aparato según la reivindicación 13, **caracterizado porque** una unidad (84) posterior a la granuladora recibe gránulos desde una salida (34) de dicha secadora para promover dicha autocristalización.
15. El aparato según la reivindicación 14, **caracterizado porque** dicha unidad (84) posterior a la granuladora es una unidad de vibración, preferentemente un transportador vibratorio, que mantiene a dichos gránulos en movimiento durante dicha cristalización.
16. El aparato según la reivindicación 14, **caracterizado porque** dicha unidad (84) posterior a la granuladora es un recipiente aislante del calor.

17. El aparato según la reivindicación 10, **caracterizado porque** una porción de dicho conducto para la suspensión espesa es recta e inclinada hacia arriba con un ángulo entre 30° y 60°.
- 5 18. El aparato según la reivindicación 10, **caracterizado porque** dicho conducto para la suspensión espesa incluye una porción recta (116) y dicho inyector (120) de gas introduce dicho gas inerte al comienzo de dicha porción recta, y una válvula (150) de bola sirve para regular el tiempo de estancia de los gránulos en dicho aparato.
19. El aparato según la reivindicación 10, **caracterizado porque** dicho inyector (120) de gas introduce dicho gas inerte en dicha suspensión espesa de agua y de gránulos sustancialmente en alineamiento con un eje longitudinal de una porción recta (116) del conducto para la suspensión espesa.
- 10 20. El aparato según la reivindicación 10, **caracterizado porque** una válvula (150) de bola corriente abajo de dicho inyector (120) de gas regula el tiempo de estancia de los gránulos de PET en dicho aparato.

FIG. 1



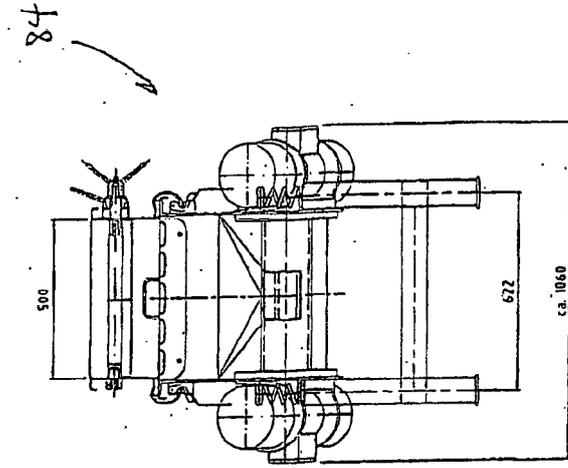


FIG. 2B

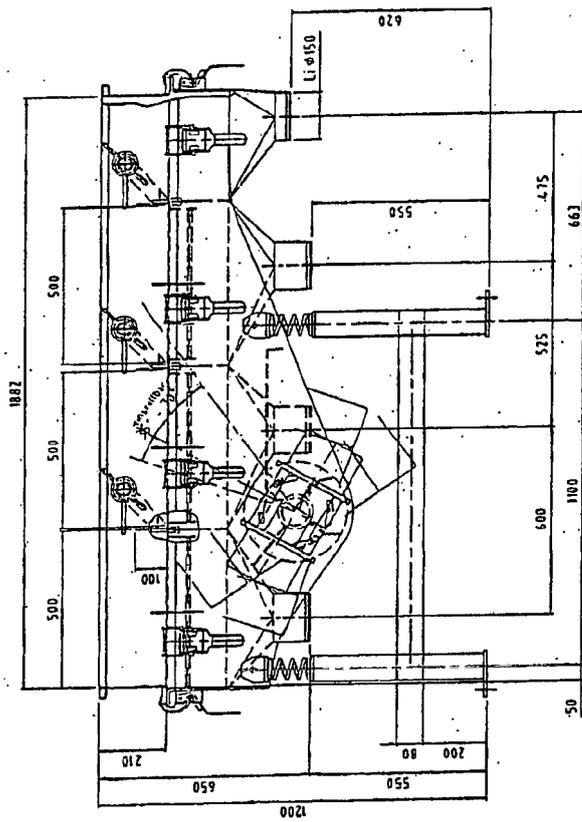


FIG. 2A

FIG. 3

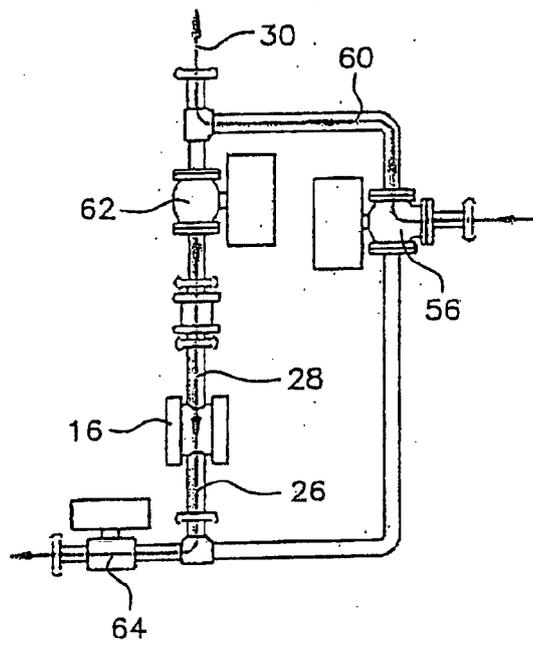


FIG. 4

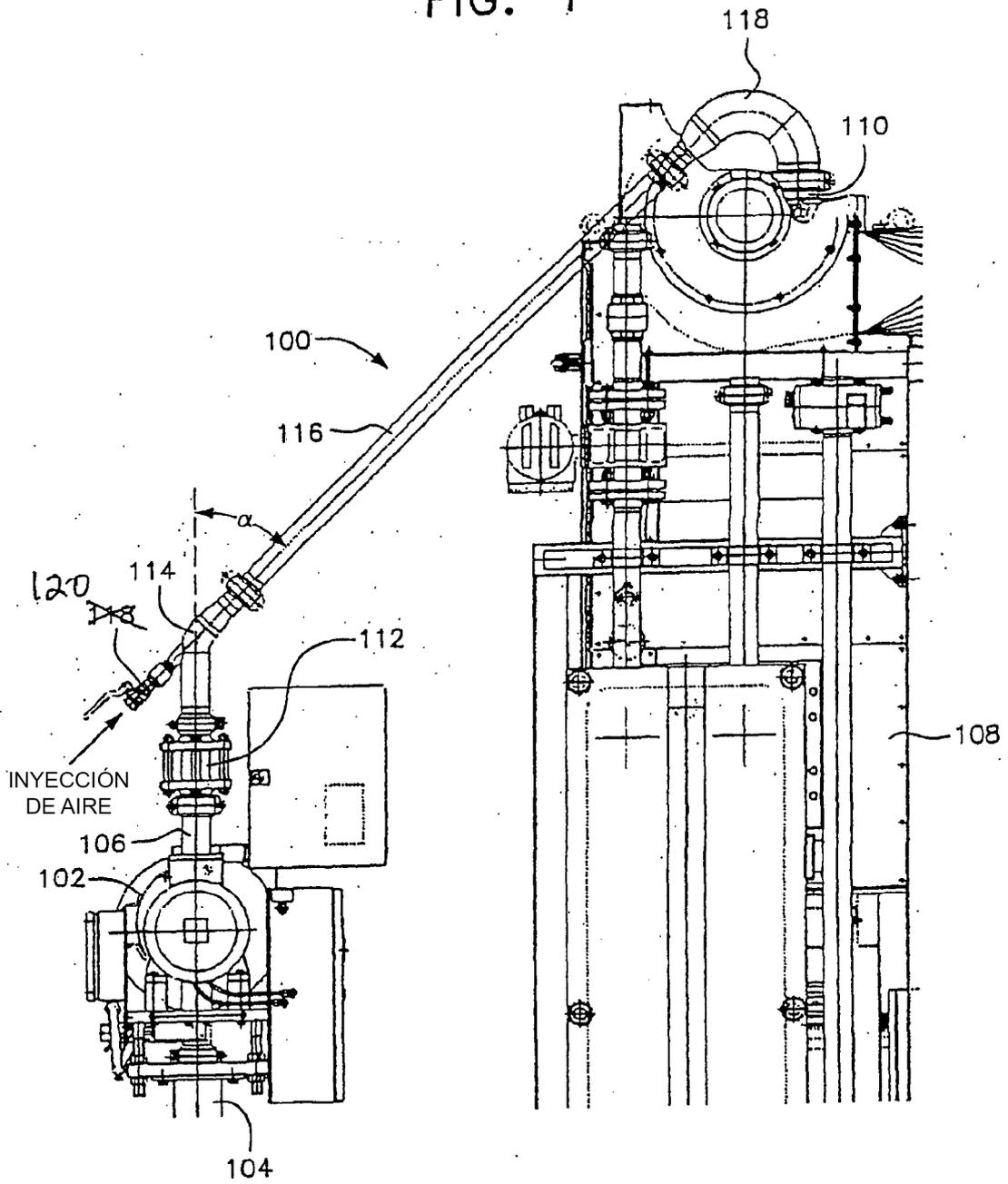


FIG. 5

