

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 623 135**

51 Int. Cl.:

C08G 63/82 (2006.01)

C08G 63/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.07.2013 PCT/JP2013/070290**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.02.2014 WO14021206**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.07.2013 E 13825519 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.04.2017 EP 2881416**

54 Título: **Catalizador de policondensación para la producción de poliéster y producción de poliéster utilizando catalizador de policondensación para la producción de poliéster**

30 Prioridad:

31.07.2012 JP 2012170068

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

10.07.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**TABATA KEIICHI;
KAMON AKIHIRO;
IKEGAWA KEIICHI y
NAITO JUN**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 623 135 T3

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

DESCRIPCIÓN

Catalizador de policondensación para la producción de poliéster y producción de poliéster utilizando catalizador de policondensación para la producción de poliéster

5

Campo técnico

La presente invención se refiere a un catalizador de policondensación para producir poliéster y a la producción de poliéster utilizando el catalizador de policondensación. La invención se refiere adicionalmente al poliéster obtenido utilizando el catalizador de policondensación.

10

Técnica anterior

Los poliésteres tipificados por tereftalato de polietileno, tereftalato de polibutileno y naftalato de polietileno se distinguen por sus propiedades mecánicas y sus propiedades químicas y, dependiendo de sus propiedades, se utilizan en una amplia variedad de campos, incluyendo fibras para ropa y materiales industriales, películas o láminas para materiales de embalaje o cintas magnéticas, botellas, que son artículos moldeados huecos, envolturas de aparatos eléctricos o electrónicos, y otros tipos de artículos o componentes moldeados.

15

Se produce un poliéster representativo, a saber, un poliéster compuesto por un componente de ácido dicarboxílico aromático y un componente de alquilenglicol como constituyentes principales, tal como tereftalato de polietileno, preparando primero bis(2-hidroxietil)-tereftalato (BHET) y un oligómero que lo contiene mediante una reacción de esterificación entre ácido tereftálico y etilenglicol o una reacción de transesterificación entre tereftalato de dimetilo y etilenglicol y sometiendo después el oligómero a policondensación en estado fundido a vacío a altas temperaturas en presencia de un catalizador de policondensación.

20

25

Para su uso en la producción de botellas biaxialmente estiradas elaboradas de poliéster conocidas como "botellas de plástico", se necesita un poliéster que tenga un peso molecular más alto que los poliésteres utilizados para fibras y películas, de modo que las botellas resultantes tengan suficiente resistencia. Por consiguiente, se utiliza un poliéster que tiene un peso molecular más alto que se obtiene por policondensación en estado sólido de poliéster obtenido como producto policondensado en estado fundido.

30

Como tal se ha utilizado ampliamente hasta ahora un catalizador de policondensación para la producción de poliéster, el trióxido de antimonio. El trióxido de antimonio es un catalizador que es poco costoso y tiene una excelente actividad catalítica; sin embargo, tiene algunos problemas. Por ejemplo, se deposita metal de antimonio mientras se utiliza en la policondensación de materias primas de poliéster, oscureciendo de ese modo el poliéster resultante, o el poliéster resultante se contamina con el metal de antimonio depositado.

35

Se sabe ya que en la producción de poliéster se evita la coloración del poliéster obtenido cuando un álcali tal como hidróxido de sodio o hidróxido de potasio está presente en el sistema de reacción junto con un catalizador (véase la bibliografía relacionada con patentes 1). En el caso del catalizador de trióxido de antimonio, también se sabe que el tono del color del poliéster obtenido se puede mejorar mediante la utilización conjunta de una cantidad predeterminada de óxido de sodio junto con un óxido de hierro (véase la bibliografía relacionada con patentes 2). Sin embargo, debido a que el trióxido de antimonio es inherentemente venenoso, se ha esperado el desarrollo de catalizadores libres de antimonio en los últimos años.

40

45

En estas circunstancias, como catalizador de policondensación para la producción de poliéster mediante una reacción de transesterificación entre tereftalato de dimetilo y etilenglicol, se han propuesto, por ejemplo, un titanato de glicol (véase la literatura relacionada con patentes 3) y un tetraalcoxi-titanio (véase la bibliografía relacionada con patentes 4). En los últimos años se ha propuesto como catalizador de policondensación un compuesto de titanio sólido que se obtiene hidrolizando un haluro de titanio o un alcóxido de titanio para preparar un hidróxido de titanio y después deshidratando y secando el hidróxido calentándolo a una temperatura entre 30°C y 350°C (véanse las publicaciones relacionadas con patentes 5 y 6).

50

Los catalizadores a base de titanio descritos anteriormente tienen una alta actividad de polimerización en muchos casos. Sin embargo, se observa coloración a amarillo en el poliéster resultante obtenido utilizando tales catalizadores a base de titanio. Además, el poliéster resultante es susceptible de ser coloreado debido a la degradación térmica durante la etapa de moldeado en estado fundido. También hay una tendencia a que el poliéster resultante tenga una escasa transparencia.

55

60

Con el fin de resolver los problemas anteriormente mencionados, un catalizador de ácido titánico que tiene una estructura particulada que comprende una partícula de una base sólida tal como hidróxido de magnesio e hidrotalcita que tiene sobre la superficie un recubrimiento formado por ácido titánico (véase la bibliografía relacionada con patentes 7).

Dicho catalizador de ácido titánico que tiene una estructura particulada proporciona un poliéster con un tono de color y una transparencia superiores a una actividad de polimerización igual o mayor que el catalizador de trióxido de antimonio en la producción de poliéster por policondensación en estado fundido de materias primas de poliéster. En particular, el catalizador de ácido titánico tiene una mayor actividad de polimerización que el catalizador de trióxido de antimonio desde el punto de vista de la velocidad de policondensación en la policondensación en estado fundido de materias primas de poliéster.

Sin embargo, cuando el poliéster obtenido utilizando el catalizador de ácido titánico se somete a policondensación en estado sólido para obtener un poliéster que tiene un peso molecular más alto, se ha encontrado que el catalizador deja mucho espacio para mejorar la actividad catalítica, en particular, en términos de la velocidad de policondensación en comparación con el catalizador de trióxido de antimonio.

El documento EP 1 972 650 A1 describe un catalizador de policondensación para la producción de poliéster y un método para producir un poliéster.

Documentos de la técnica anterior

Bibliografía relacionada con patentes

Bibliografía relacionada con patentes 1: JP 38-2143 B
 Bibliografía relacionada con patentes 2: JP 9-291141 A
 Bibliografía relacionada con patentes 3: JP 46-3395 B
 Bibliografía relacionada con patentes 4: JP 49-57092 A
 Bibliografía relacionada con patentes 5: JP 2001-64377 A
 Bibliografía relacionada con patentes 6: JP 2001-114885 A
 Bibliografía relacionada con patentes 7: JP 2006-188567 A

Compendio de la invención

Problema a resolver por la invención

Los autores de la presente invención han realizado un estudio exhaustivo con el fin de resolver los diversos problemas mencionados anteriormente implicados en los catalizadores de policondensación convencionales para producir poliéster, en particular, tales problemas implicados en el catalizador de ácido titánico anteriormente mencionado. Como resultado, han llegado a la presente invención al encontrar que cuando se forma una capa de recubrimiento interior de ácido titánico sobre las superficies de partículas de una base sólida y una capa de recubrimiento exterior de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre aluminio, circonio y silicio, o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre aluminio, circonio y silicio, se forma sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior, cada una de las capas en proporciones predeterminadas en peso con respecto al peso de la base sólida y semejante producto, es decir, las partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies las capas de recubrimiento interior y exterior, se utiliza como un catalizador de policondensación para producir poliéster, la descomposición de poliéster durante la policondensación en estado fundido se controla de ese modo para proporcionar un poliéster con un tono de color excelente a una actividad de polimerización mayor que el catalizador de trióxido de antimonio convencional.

Por otra parte, los autores de la presente invención han encontrado que también en la policondensación en estado sólido el producto anteriormente mencionado o el catalizador de policondensación proporcionan poliéster que tiene un elevado peso molecular y un excelente tono de color a una actividad de polimerización o una velocidad de policondensación sustancialmente igual a la del catalizador de trióxido de antimonio, y mayor que la del catalizador de ácido titánico.

Por lo tanto, un objeto de la invención es proporcionar un nuevo catalizador de policondensación para producir poliéster que no sólo muestra una alta actividad catalítica y proporciona poliéster con un excelente tono de color incluso en ausencia de antimonio como catalizador de polimerización en estado fundido, sino que también muestra una elevada actividad catalítica, en particular, una alta velocidad de policondensación, y proporciona también un poliéster con un tono de color excelente en la policondensación en estado sólido.

Un objeto adicional de la invención es proporcionar un método para producir tal catalizador de policondensación. Otro objeto más de la invención es proporcionar poliéster obtenido utilizando tal catalizador de policondensación, y un método para producir poliéster utilizando tal catalizador de policondensación.

Medios para resolver los problemas

La invención proporciona un catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de

esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o un derivado de formación de éster del mismo y un glicol, en donde el catalizador de policondensación comprende partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso en términos de TiO_2 por 100 partes en peso de la base sólida, y una capa de recubrimiento exterior bien de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre aluminio, zirconio y silicio, bien de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre aluminio, zirconio y silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior en una cantidad de 1 a 25 partes en peso por 100 partes en peso de la base sólida, en donde el ácido titánico es un óxido de titanio hidratado representado por la fórmula general $\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ en donde n es un número que satisface $0 < n \leq 2$.

Entre los catalizadores de policondensación mencionados anteriormente, el catalizador que comprende partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico y una capa de recubrimiento exterior bien de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre aluminio y circonio bien de un óxido compuesto de aluminio y zirconio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior se obtiene de acuerdo con la invención mediante:

adición de una solución acuosa de un compuesto de titanio y una solución acuosa de un álcali a una suspensión acuosa de partículas de una base sólida de manera que la suspensión acuosa tenga un pH en el intervalo de 5 a 12 para formar una capa de recubrimiento interior de ácido titánico sobre las superficies de las partículas de la base sólida, en donde el ácido titánico es un óxido de titanio hidratado representado por la fórmula general $\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ en donde n es un número que satisface $0 < n \leq 2$;

adición de una solución acuosa de al menos una seleccionada entre una sal de aluminio soluble en agua y una sal de zirconio soluble en agua y una solución acuosa de un álcali a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida para formar de ese modo una capa de recubrimiento exterior de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre aluminio y circonio, o de un óxido compuesto de aluminio y circonio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior; y

filtrado de la suspensión acuosa de las partículas de la base sólida que tiene la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior sobre las mismas, lavado con agua y secado de la torta obtenida, seguido de disgregación del producto seco obtenido.

Entre los catalizadores de policondensación mencionados anteriormente, el catalizador que comprende partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico y una capa de recubrimiento exterior de un óxido de silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior se obtiene de acuerdo con la invención:

adición de una solución acuosa de un compuesto de titanio y una solución acuosa de un álcali a una suspensión acuosa de partículas de una base sólida de manera que la suspensión acuosa tenga un pH en el intervalo de 5 a 12 para formar una capa de recubrimiento interior de ácido titánico sobre las superficies de las partículas de la base sólida, en donde el ácido titánico es un óxido de titanio hidratado representado por la fórmula general $\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ en donde n es un número que satisface $0 < n \leq 2$;

adición de una solución acuosa de un silicato soluble en agua y un ácido a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida para formar de ese modo una capa de recubrimiento exterior de un óxido de silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior; y

filtrado de la suspensión acuosa de las partículas de la base sólida que tienen la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior sobre la misma, lavado con agua y secado de la torta obtenida, seguido de disgregación del producto seco obtenido.

Entre los catalizadores de policondensación mencionados anteriormente, el catalizador que comprende partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico y una capa de recubrimiento exterior de un óxido compuesto de al menos un elemento seleccionado entre aluminio y circonio y silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior se obtiene de acuerdo con la invención mediante:

adición de una solución acuosa de un compuesto de titanio y una solución acuosa de un álcali a una suspensión acuosa de partículas de una base sólida de modo que la suspensión acuosa tenga un pH en el intervalo de 5 a 12 para formar una capa de recubrimiento interior de titanio ácido en las superficies de las partículas de la base sólida, en donde el ácido titánico es un óxido de titanio hidratado representado por la fórmula general $\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ en donde n es un número que satisface $0 < n \leq 2$;

adición de una solución acuosa de al menos una seleccionada entre una sal de aluminio soluble en agua y una sal de circonio soluble en agua y una solución acuosa de un silicato soluble en agua a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida para formar de ese modo una capa de recubrimiento exterior de un óxido compuesto de al menos un elemento seleccionado entre aluminio y circonio y silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior; y

filtrado de la suspensión acuosa de las partículas de la base sólida que tienen la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior sobre las mismas, lavado con agua y secado de la torta obtenida, seguido

de disgregación del producto seco obtenido.

5 La invención proporciona un método para producir poliéster que comprende someter un ácido dicarboxílico o un derivado de formación de éster del mismo y un glicol a policondensación en estado fundido en presencia del catalizador de policondensación descrito anteriormente.

10 La invención proporciona un método para producir poliéster que comprende preparar un oligómero que comprende un éster bis(hidroxi)alquílico de un ácido dicarboxílico aromático mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre el ácido dicarboxílico aromático o un derivado de formación de éster del mismo y un alquilenglicol y someter después el oligómero a policondensación en estado fundido en presencia del catalizador de policondensación mencionado anteriormente.

15 La invención también proporciona un método para producir poliéster que comprende someter adicionalmente el poliéster obtenido de tal manera mencionado anteriormente a policondensación en estado sólido en presencia del catalizador de policondensación mencionado anteriormente.

La invención proporciona adicionalmente un poliéster producido por un método como el descrito anteriormente.

20 Efecto de la invención

En la producción de poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o su derivado de formación de éster y un glicol, la policondensación en estado fundido utilizando el catalizador de policondensación para producir poliéster de acuerdo con la invención hace posible obtener un poliéster con un tono de color excelente a una alta actividad de polimerización sin oscurecer el poliéster ni causar la descomposición del poliéster. Además, el uso del catalizador de policondensación para producir el poliéster de acuerdo con la invención en la policondensación en estado sólido permite obtener poliéster de mayor peso molecular y excelente tono de color a una alta actividad de polimerización, es decir, a una elevada velocidad de policondensación.

30 Realizaciones de la invención

El catalizador de policondensación para producir un poliéster de acuerdo con la invención es un catalizador de policondensación para la producción de poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o un derivado de formación de éster del mismo y un glicol. El catalizador de policondensación comprende partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso en términos de TiO₂ por 100 partes en peso de la base sólida, y una capa de recubrimiento exterior de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre aluminio, zirconio y silicio, o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre aluminio, zirconio y silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior en una cantidad de 1 a 50 partes en peso por 100 partes en peso de la base sólida.

En la presente memoria, el óxido o el óxido compuesto mencionados anteriormente pueden contener en parte hidróxidos.

45 En la invención, los ejemplos de la base sólida incluyen óxidos, hidróxidos o diversos óxidos compuestos de metales alcalinos o metales alcalinotérreos y óxidos u óxidos compuestos de aluminio, cinc, lantano, circonio, torio y similares. Tales óxidos y óxidos compuestos se pueden sustituir parcialmente por sales tales como carbonatos. Por lo tanto, en la invención, los ejemplos más específicos de la base sólida incluyen óxidos e hidróxidos de magnesio, calcio, estroncio, bario, aluminio, cinc y similares, p. ej., hidróxido de magnesio, óxido de calcio, óxido de estroncio, óxido de bario, óxido de cinc y similares, y óxidos compuestos tales como hidrotalcita. En particular, se utiliza preferiblemente hidróxido de magnesio o hidrotalcita como una base sólida de acuerdo con la invención.

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



en donde n es un número que satisface $0 < n \leq 2$. Semejante ácido titánico se puede obtener, por ejemplo, por hidrólisis de un cierto tipo de compuestos de titanio como se describe más adelante.

60 En el catalizador de policondensación de acuerdo con la invención, cuando la cantidad de la capa de recubrimiento interior de ácido titánico es inferior a 0,1 partes en peso en términos de TiO₂ por 100 partes en peso de la base sólida, el catalizador de policondensación resultante tiene una baja actividad de polimerización. Por otra parte, cuando la cantidad de la capa de recubrimiento interior de ácido titánico es superior a 50 partes en peso en términos de TiO₂ por 100 partes en peso de la base sólida, la descomposición del poliéster se produce fácilmente durante la

producción del poliéster y la coloración del poliéster resultante se produce fácilmente debido a su degradación térmica durante el moldeo en estado fundido del poliéster.

5 Cuando la cantidad de la capa de recubrimiento exterior de un óxido de al menos un elemento seleccionado de aluminio, zirconio y silicio, o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre aluminio, zirconio y silicio es inferior a 1 parte en peso por 100 partes en peso de la base sólida, el catalizador de policondensación resultante tiene una alta actividad de polimerización, pero el tono de color del poliéster resultante no mejora. Por otra parte, cuando la cantidad de la capa de recubrimiento exterior es superior a 50 partes en peso en términos de un óxido por 100 partes en peso de la base sólida, la actividad de polimerización del catalizador de policondensación resultante disminuye indeseablemente.

La producción de los catalizadores de policondensación de la invención se describe a continuación.

15 Entre los catalizadores de policondensación de la invención, el catalizador que comprende partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico y una capa de recubrimiento exterior, de un óxido de al menos un elemento seleccionado de aluminio y zirconio, o de un óxido compuesto de aluminio y circonio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior se obtiene mediante:

20 adición de una solución acuosa de un compuesto de titanio y una solución acuosa de un álcali a una suspensión acuosa de partículas de una base sólida de manera que la suspensión acuosa tenga un pH en el intervalo de 5 a 12 para formar una capa de recubrimiento interior de ácido titánico sobre las superficies de las partículas de la base sólida;

25 adición de una solución acuosa de al menos una seleccionada entre una sal de aluminio soluble en agua y una sal de zirconio soluble en agua y una solución acuosa de un álcali a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida para formar de ese modo una capa de recubrimiento exterior de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre aluminio y circonio, o de un óxido compuesto de aluminio y circonio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior; y

30 filtrado de la suspensión acuosa de las partículas de la base sólida que tienen la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior sobre las mismas, lavado con agua y secado de la torta obtenida, seguido de disgregación del producto seco obtenido.

Entre los catalizadores de policondensación de la invención, el catalizador que comprende partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico y una capa de recubrimiento exterior de un óxido de silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior se obtiene mediante:

40 adición de una solución acuosa de un compuesto de titanio y una solución acuosa de un álcali a una suspensión acuosa de partículas de una base sólida de manera que la suspensión acuosa tenga un pH en el intervalo de 5 a 12 para formar una capa de recubrimiento interior de ácido titánico sobre las superficies de las partículas de la base sólida;

45 adición de una solución acuosa de un silicato soluble en agua y un ácido a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida para formar de ese modo una capa de recubrimiento exterior de un óxido de silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior; y

filtrado la suspensión acuosa de las partículas de la base sólida que tienen la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior sobre las mismas, lavado con agua y secado de la torta obtenida, seguido de disgregación del producto seco obtenido.

Entre los catalizadores de policondensación de la invención, el catalizador que comprende partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico y una capa de recubrimiento exterior de un óxido compuesto de al menos un elemento seleccionado entre aluminio y circonio y silicio, sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior se obtiene mediante:

55 adición de una solución acuosa de un compuesto de titanio y una solución acuosa de un álcali a una suspensión acuosa de partículas de una base sólida de manera que la suspensión acuosa tenga un pH en el intervalo de 5 a 12 para formar una capa de recubrimiento interior de ácido titánico sobre las superficies de las partículas de la base sólida;

60 adición de una solución acuosa de al menos una seleccionada entre una sal de aluminio soluble en agua y una sal de circonio soluble en agua y una solución acuosa de un silicato soluble en agua a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida para formar de ese modo una capa de recubrimiento exterior de un óxido compuesto de al menos un elemento seleccionado entre aluminio y circonio y silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior; y

filtrado de la suspensión acuosa de las partículas de la base sólida que tienen la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior sobre las mismas, lavado con agua y secado de la torta obtenida, seguido de disgregación del producto seco obtenido.

En la preparación del catalizador de policondensación mencionado anteriormente de acuerdo con la invención, la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior se forman en este orden sobre la superficie de una partícula de la base sólida, y después la partícula se seca. La temperatura a la que se seca la partícula de la base sólida está preferiblemente dentro del intervalo de 60°C a 180°C y particularmente preferiblemente dentro del intervalo de 100°C a 130°C.

La disgregación del producto secado mencionado anteriormente es para liberar, o dispersar ligeramente y triturar el producto secado. El producto secado puede disgregarse, por ejemplo, tratándolo con una trituradora tal como un molino de aire, aunque no se limite a ello. De esta manera, el catalizador de policondensación de la invención tiene habitualmente un diámetro medio de partícula en el intervalo de aproximadamente 0,3 µm a 0,5 µm.

Los ejemplos del compuesto titánico para formar la capa interior de recubrimiento de ácido titánico sobre la superficie de una partícula de la base sólida incluyen haluros de titanio tales como tetracloruro de titanio, titanatos tales como oxalato de titanilamonio y alcóxidos de titanio tales como tetraisopropóxido de titanio. El compuesto titánico utilizable, sin embargo, no se limita a estos ejemplos.

Los ejemplos de las sales de aluminio solubles en agua para formar una capa de recubrimiento exterior sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior incluyen sales de aluminio tales como sulfato de aluminio y cloruro de aluminio y aluminatos de metales alcalinos tales como aluminato de sodio y aluminato de potasio. Los ejemplos de la sal de zirconio soluble en agua incluyen oxiclорuro de zirconio y tricloruro de zirconio. Los ejemplos de los silicatos solubles en agua incluyen silicato de sodio y silicato de potasio. Sin embargo, las sales de aluminio solubles en agua, las sales de circonio y los silicatos no se limitan a los mencionados anteriormente.

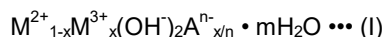
Un álcali o un ácido que se utiliza para hidrolizar el compuesto de titanio para formar la capa de recubrimiento interior de ácido titánico, o para hidrolizar la sal de aluminio, la sal de circonio o el silicato para formar la capa de recubrimiento exterior de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre aluminio, zirconio y silicio, o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre aluminio, zirconio y silicio, no está específicamente limitado. Los ejemplos del álcali incluyen solución acuosa de hidróxido de sodio o hidróxido de potasio, y los ejemplos del ácido incluyen ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido acético, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, etcétera.

En el catalizador de policondensación de la invención, la base sólida es preferiblemente hidróxido de magnesio o hidrotalcita, como se ha descrito anteriormente.

La suspensión acuosa de partículas de hidróxido de magnesio utilizada en la preparación del catalizador de policondensación de la invención se refiere, por ejemplo, a una suspensión acuosa obtenida neutralizando una solución acuosa de una sal de magnesio soluble en agua tal como cloruro de magnesio y nitrato de magnesio con un álcali tal como hidróxido sódico y amoníaco para precipitar el hidróxido de magnesio, o una suspensión acuosa obtenida dispersando las partículas de hidróxido de magnesio en agua. Cuando se prepara una suspensión acuosa de hidróxido de magnesio mediante la neutralización de una solución acuosa de una sal de magnesio soluble en agua con un álcali, la solución acuosa de la sal de magnesio soluble en agua y el álcali se puede someter a neutralización simultánea o, alternativamente, la neutralización puede ser conducida añadiendo lo uno a lo otro.

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

La hidrotalcita utilizada en la invención está preferiblemente representada por la siguiente fórmula general (I):



en 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 $0 < x < 0,5$; y m es un número que satisface $0 \leq m < 2$.

En particular, en la invención, se utiliza preferiblemente una hidrotalcita en la que M^{2+} es Mg^{2+} , M^{3+} es Al^{3+} y A^{n-} es CO_3^{2-} , es decir, una representada por la fórmula general (II):



en donde x y m tienen los mismos significados mencionados anteriormente. Aunque tal hidrotalcita se puede obtener fácilmente como un producto en el mercado, también se puede producir, si es necesario, mediante un método convencionalmente conocido, p. ej., un método hidrotérmico, utilizando materiales apropiados.

Una suspensión acuosa de hidrotalcita utilizada en la invención se refiere, por ejemplo, a una suspensión acuosa obtenida dispersando partículas de hidrotalcita mencionadas anteriormente en agua.

5 En la producción de poliéster de acuerdo con la invención, los ejemplos del ácido dicarboxílico incluyen ácidos dicarboxílicos alifáticos ilustrados por ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico y ácido dodecanodicarboxílico y sus derivados de formación de ésteres tales como ésteres de dialquilo; y ácidos dicarboxílicos aromáticos ilustrados por ácido tereftálico, ácido isoftálico y ácido naftaleno dicarboxílico y sus derivados de formación de ésteres tales como ésteres de dialquilo. En la invención, los ejemplos del glicol incluyen etilenglicol, propilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, butilenglicol y 1,4-ciclohexanodimetanol.

10 Entre los ejemplos proporcionados anteriormente, por ejemplo, se utilizan preferiblemente ácidos dicarboxílicos aromáticos tales como ácido tereftálico, ácido isoftálico y ácido naftaleno dicarboxílico como ácido dicarboxílico; y se utilizan preferiblemente alquilenglicoles tales como etilenglicol, propilenglicol y butilenglicol como glicol.

15 Por lo tanto, en la invención, los ejemplos específicos de poliésteres preferidos incluyen tereftalato de polietileno, tereftalato de polibutileno, tereftalato de polipropileno, naftalato de polietileno, naftalato de polibutileno, naftalato de polipropileno y poli(tereftalato de 1,4-ciclohexanodimetileno).

20 En la invención, sin embargo, ni el ácido dicarboxílico ni su derivado de formación de éster ni el glicol se limitan a los ejemplos enumerados anteriormente. Además, el poliéster resultante no está limitado a los ejemplos mostrados anteriormente.

25 En general, se ha producido un poliéster tal como el representado por tereftalato de polietileno mediante los siguientes métodos. Un primer método comprende producir un oligómero de bajo peso molecular que contiene el BHET anteriormente mencionado mediante una esterificación directa de un ácido dicarboxílico representado por ácido tereftálico con un glicol representado por etilenglicol y someter el oligómero a policondensación en estado fundido en presencia de un catalizador de policondensación a alto vacío a temperatura elevada para producir un poliéster con un peso molecular deseado. Un segundo método comprende preparar, como en el método anterior, un oligómero de bajo peso molecular que contiene el BHET anteriormente mencionado mediante una reacción de transesterificación entre un tereftalato de dialquilo representado por tereftalato de dimetilo y un glicol representado por etilenglicol, y someter el oligómero a policondensación en estado fundido en presencia de un catalizador de policondensación a alto vacío a temperatura elevada para producir poliéster con un peso molecular deseado.

35 El catalizador de policondensación de la invención se utiliza en una cantidad normalmente en el intervalo de 3×10^{-4} a 3×10^{-2} partes en peso con respecto a 100 partes en peso de oligómero de bajo peso molecular (que a menudo es referido a continuación simplemente como oligómero de bajo peso molecular) que se obtiene mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o un derivado formador de éster y un glicol. Cuando la cantidad del catalizador de policondensación es menor de 3×10^{-4} partes en peso con respecto a 100 partes en peso del oligómero de bajo peso molecular, no se ejerce suficiente actividad catalítica de modo que
40 no se puede obtener un poliéster que tenga un alto peso molecular deseado. Por otra parte, cuando la cantidad del catalizador de policondensación es superior a 3×10^{-2} partes en peso con respecto a 100 partes en peso del oligómero de bajo peso molecular, el poliéster resultante puede tener una estabilidad térmica inferior.

45 También en la invención, se puede obtener un poliéster produciendo un oligómero de bajo peso molecular que contenga BHET mediante la reacción de esterificación directa o de transesterificación mencionadas anteriormente y sometiendo a continuación el oligómero a policondensación en estado fundido en presencia del catalizador de policondensación de la invención a alto vacío a temperatura elevada de una manera convencionalmente conocida como se ha descrito anteriormente. De acuerdo con la invención, cuando el poliéster así obtenido se somete a policondensación en estado sólido a vacío o en una atmósfera de gas inerte a una temperatura inferior al punto de fusión del poliéster, proporciona un poliéster que tiene un peso molecular mucho más alto.

50 Por ejemplo, el tereftalato de polietileno se produce como sigue. Cuando se emplea un método de reacción de transesterificación, de acuerdo con un método habitual, según se conoce convencionalmente, se obtiene un oligómero de bajo peso molecular que contiene BHET introduciendo tereftalato de dimetilo y etilenglicol en un reactor, si es necesario, junto con un catalizador tal como acetato de calcio, calentándolos a una presión normal para hacerlos reaccionar entre sí a una temperatura de reflujo mientras que se destila el metanol del sistema de reacción. El oligómero obtenido de ese modo tiene un grado de polimerización normalmente de hasta aproximadamente 10. Si es necesario, la reacción se puede llevar a cabo a presión. La reacción se puede rastrear midiendo la cantidad de metanol destilado. La razón de esterificación es normalmente de aproximadamente 95%.

60 Cuando se emplea una reacción de esterificación directa, de acuerdo con un método habitual, conocido convencionalmente, se obtiene un oligómero de bajo peso molecular que contiene BHET introduciendo ácido tereftálico y etilenglicol en un reactor y calentándolos, si es necesario a presión, mientras se destila el agua formada. En la reacción de esterificación directa, es preferible añadir un oligómero de bajo peso molecular previamente

preparado que contiene BHET junto con materias primas en un reactor y llevar a cabo la reacción de esterificación directa en presencia del oligómero de bajo peso molecular.

5 Con posterioridad, el oligómero de bajo peso molecular así obtenido se transfiere a un reactor de polimerización y se calienta a presión reducida a una temperatura superior al punto de fusión del poli(tereftalato de etileno) (típicamente de 240°C a 280°C), por ejemplo a una temperatura de 280°C a 290°C. De este modo, el oligómero se somete a policondensación en estado fundido mientras que el etilenglicol sin reaccionar y el etilenglicol resultante de la reacción se separan por destilación del sistema de reacción bajo control de la viscosidad de los reactivos en estado fundido.

10 De acuerdo con la necesidad, la reacción de policondensación se puede llevar a cabo utilizando una pluralidad de reactores y cambiando la temperatura y la presión de reacción óptimamente en cada reactor. Cuando la viscosidad de la mezcla de reacción alcanza un valor predeterminado, se detiene la reducción de la presión y la presión en el reactor de polimerización se hace volver a una presión normal con nitrógeno gaseoso. A continuación, el poliéster resultante se descarga del reactor, por ejemplo, en forma de hebra, se enfría rápidamente con agua y se corta en bolitas. De acuerdo con la invención, de este modo se obtiene un poliéster con una viscosidad intrínseca (VI) de 0,5 a 0,7 dL/g.

20 Es necesario que el poliéster que se va a utilizar para la producción de botellas de plástico tenga un peso molecular mayor que el de un poliéster, por ejemplo, para aplicaciones de fibras y películas. Como ya se sabe, semejante poliéster que tiene un peso molecular más alto se puede obtener por policondensación en estado sólido del poliéster obtenido como producto policondensado en estado fundido. De este modo, de acuerdo con la invención, el poliéster obtenido como producto policondensado en estado fundido se calienta a vacío o bajo una atmósfera de gas inerte o dióxido de carbono a una temperatura inferior al punto de fusión del producto policondensado en estado fundido, es decir, el producto policondensado fundido es sometido a policondensación en estado sólido, obteniéndose de ese modo un poliéster de mayor peso molecular como producto policondensado en estado sólido.

25 Es decir, se puede obtener un poliéster de mayor peso molecular sometiendo el producto policondensado en estado fundido a policondensación en estado sólido en presencia del catalizador de policondensación, ya que la policondensación en estado sólido de poliéster obtenido como producto policondensado en estado fundido ya se conoce como un método para producir un poliéster que tiene un peso molecular más alto. Normalmente, el poliéster obtenido como producto policondensado en estado fundido se somete a policondensación en estado sólido y, por consiguiente, el poliéster o el producto policondensado en estado fundido utilizado ya contienen el catalizador de policondensación en ellos.

30 Con más detalle, la policondensación en estado sólido de poliéster comprende secar las bolitas de poliéster, que se ha obtenido en la policondensación en estado fundido, a vacío o bajo una corriente de un gas inerte o dióxido de carbono a una temperatura de 100°C a 200°C, cristalizar el poliéster calentando las bolitas a una temperatura de 150°C a 200°C y a continuación someter a policondensación en estado sólido el poliéster mediante calentamiento del poliéster a una temperatura inferior al punto de fusión del poliéster, típicamente a una temperatura de 200°C a 230°C. De acuerdo con la invención, se obtiene un poliéster que tiene una viscosidad intrínseca (VI) de 0,7-1,0 dL/g como producto policondensado en estado sólido.

35 El catalizador de policondensación para la producción de poliéster de la invención se puede añadir a un sistema de reacción cuando se lleva a cabo una reacción de esterificación directa o una reacción de transesterificación para producir un oligómero de bajo peso molecular que contiene BHET o, alternativamente, se puede añadir a un sistema de reacción cuando un oligómero de bajo peso molecular se somete adicionalmente a una reacción de policondensación después de que se haya obtenido el oligómero. El catalizador de policondensación de la invención se puede añadir en forma de polvo a un sistema de reacción o, alternativamente, se puede añadir a un sistema de reacción después de haber sido dispersado en glicol que se utiliza como una de las materias primas. Dado que el catalizador de policondensación de la invención se puede dispersar fácilmente en glicol, especialmente en etilenglicol, se añade preferiblemente a un sistema de reacción como tal cuando se lleva a cabo una reacción de esterificación directa o una reacción de transesterificación para la producción del oligómero que contiene BHET.

40 Puesto que el catalizador de policondensación de la invención no contiene antimonio como ingrediente, no oscurece los poliésteres resultantes, y sin embargo tiene una actividad catalítica igual o superior a la de los catalizadores que contienen antimonio como ingrediente, proporcionando poliésteres con un tono de color excelente. Por otra parte, el catalizador de policondensación de la invención no es venenoso y, por lo tanto, es seguro.

45 Además, el catalizador de policondensación de la invención muestra una alta actividad catalítica en la policondensación en estado sólido del poliéster obtenido en la polimerización en estado fundido. En particular, el catalizador de policondensación de la invención tiene una alta velocidad de polimerización en estado sólido, es decir, una alta velocidad de aumento de la viscosidad intrínseca por tiempo, y proporciona un poliéster de alto peso molecular que tiene un excelente tono de color.

De acuerdo con la invención, sin embargo, en la producción de poliéster se puede utilizar cualquier catalizador de policondensación conocido convencionalmente, por ejemplo, se puede utilizar un catalizador comprendido por compuestos de antimonio, germanio, cobalto, cinc, manganeso, titanio, estaño, aluminio y similares junto con el catalizador de policondensación de la invención a menos que resulte afectada la cualidad de uso del catalizador de policondensación de la invención. Además, de acuerdo con la demanda, la policondensación se puede llevar a cabo en presencia de un compuesto de ácido fosfórico de modo que el poliéster resultante tenga una mejor estabilidad térmica y no se colorea.

El compuesto de ácido fosfórico se puede añadir a un sistema de reacción en cualquier momento antes de la policondensación. Los compuestos de ácido fosfórico utilizables incluyen, por ejemplo, ácido fosfórico, una sal de ácido fosfórico tal como fosfato de sodio y fosfato de potasio, un éster de ácido fosfórico tal como fosfato de trimetilo, fosfato de trietilo, fosfato de tri-n-butilo, ácido fosforoso, una sal de ácido fosforoso tal como fosfito de sodio y fosfito de potasio, un éster de ácido fosforoso tal como fosfito de trifenilo y ácido polifosfórico. Estos compuestos de ácido fosfórico se utilizan en una cantidad en el intervalo de 1 ppm en peso a 100 ppm en peso, preferiblemente en el intervalo de 10 ppm en peso a 50 ppm en peso, en términos de fósforo (P), por peso del poliéster que se vaya a obtener.

En la producción de poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o su derivado de formación de éster y un glicol, se supone que la acción catalítica del ácido titánico es coordinar, como un ácido de Lewis, un grupo carbonilo de un ácido dicarboxílico o su derivado de formación de éster para facilitar el ataque del glicol al carbono carbonílico y acelerar simultáneamente la disociación del glicol para aumentar su carácter nucleofílico. Sin embargo, cuando la acción catalítica ácida es demasiado fuerte, probablemente se producen reacciones secundarias indeseables que causan la reacción de descomposición o la coloración del poliéster resultante.

Puesto que el catalizador de policondensación de la invención comprende una partícula de la base sólida que tiene sobre la superficie una capa de recubrimiento interior de ácido titánico y una capa de recubrimiento exterior de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre aluminio, zirconio y silicio, también se presume que se modera la acción catalítica ácida del ácido titánico y, además, se modera la compatibilidad del catalizador con el poliéster o la dispersabilidad del catalizador en el poliéster y como resultado, el catalizador de policondensación de la invención tiene una alta actividad de polimerización, en particular, en la policondensación en estado sólido, y proporciona un poliéster de alto peso molecular con un tono de color excelente.

Ejemplos

La invención se explica con referencia a los siguientes ejemplos, pero la invención no está limitada en absoluto por estos ejemplos. En los siguientes ejemplos, cada una de las cantidades en peso de ácido titánico, óxido de aluminio, óxido de circonio y óxido de silicio con respecto a 100 partes en peso de una base sólida en un catalizador de policondensación obtenido es peso en términos de TiO_2 , Al_2O_3 , ZrO_2 y SiO_2 , respectivamente.

Además, en los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos, se midió la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido de acuerdo con la norma ISO 1628-1 y se midió el tono de color utilizando un medidor de diferencia de color (SQ-2000, fabricado por Nippon Denshoku Instruments Co., Ltd.).

La velocidad de policondensación en estado fundido en la Tabla 1 se determinó dividiendo la viscosidad intrínseca (VI) del poliéster obtenido por policondensación en estado fundido por el tiempo de policondensación en estado fundido. La velocidad de policondensación en estado sólido en la Tabla 2 se determinó dividiendo la diferencia (ΔVI) entre la viscosidad intrínseca del poliéster (Tabla 2) obtenido por policondensación en estado sólido del poliéster obtenido por policondensación en estado fundido y la viscosidad intrínseca del poliéster (Tabla 1) obtenido por policondensación en estado fundido por el tiempo de policondensación en estado sólido.

Ejemplo de referencia 1

(Preparación de suspensión acuosa de hidróxido de magnesio)

Se colocaron 5 L de agua en un reactor y a continuación se le añadieron 16,7 L de solución acuosa de cloruro de magnesio 4 moles/L y 8,4 litros de solución acuosa de hidróxido de sodio de 14,3 moles/L simultáneamente con agitación. A continuación, la mezcla resultante se sometió a una reacción hidrotérmica a una temperatura de 170°C durante 0,5 horas.

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

Ejemplo de Referencia 2

(Preparación de suspensión acuosa de hidrotalcita)

5 Se añadieron con agitación una solución mixta de 2,6 L de solución acuosa de sulfato de magnesio de 3,8 moles/L y 2,6 L de solución acuosa de sulfato de aluminio de 0,85 moles/L y una solución mixta de 2,8 L de solución acuosa de hidróxido de sodio de 9,3 moles/L y 2,6 L de solución acuosa de carbonato de sodio de 2,54 moles/L a un reactor. A continuación, se llevó a cabo una reacción hidrotérmica a 180°C durante 2 horas. Una vez completada la reacción, la suspensión resultante se filtró, se lavó con agua, se secó y se pulverizó, proporcionando de este modo hidrotalcita que tenía una composición $Mg_{0,7}Al_{0,3}(OH)_2(CO_3)_{0,15} \cdot 0,48H_2O$. La hidrotalcita se suspendió en agua para proporcionar una suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/L).

Ejemplo 1

(Preparación de catalizador de policondensación A)

15 Se colocaron 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 litros de capacidad. Después, se añadieron gota a gota 3,2 L de una solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/L en términos de TiO_2) y 3,2 L de una solución acuosa de hidróxido de sodio (99,6 g/L en términos de NaOH) simultáneamente a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio durante 4 horas, de manera que la suspensión acuosa tuviera un pH de 10,0. Una vez completada la adición, el producto resultante se envejeció durante una hora, y después se filtró y se lavó con agua, proporcionando de ese modo partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico.

25 A la suspensión acuosa de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre las superficies la capa de recubrimiento interior así obtenida, se le añadieron simultáneamente 2,0 L de una solución acuosa de sulfato de aluminio (224,3 g/L en términos de Al_2O_3) y una solución acuosa de hidróxido de sodio durante 8 horas con el fin de que el pH de la suspensión alcanzara 10,0. Una vez completada la adición, el producto resultante se envejeció durante una hora, formando de este modo una capa de recubrimiento exterior de un óxido de aluminio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior.

35 La suspensión acuosa así obtenida de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre las superficies la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior se filtró y la torta obtenida se lavó con agua y se secó. El producto seco se disgregó para proporcionar un catalizador de policondensación A de la invención que tenía 20 partes en peso de capa de recubrimiento interior formada por ácido titánico y 40 partes en peso de capa de recubrimiento exterior formada por óxido de aluminio, cada una con respecto a 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

(Producción de poliéster a-1)

40 Se colocaron 430 g de ácido tereftálico y 190 g de etilenglicol en un reactor y se agitaron en una atmósfera de nitrógeno para preparar una suspensión. Se llevó a cabo una reacción de esterificación durante 4 horas mientras se mantenía la temperatura en el reactor a una temperatura de 250°C y la presión relativa basada en la presión atmosférica se mantuvo en $1,2 \times 10^5$ Pa. Se transfirieron 500 g del oligómero de bajo peso molecular así obtenido a un reactor de policondensación mantenido a una temperatura de 250°C y a presión normal en una atmósfera de gas nitrógeno.

50 Se preparó una suspensión dispersando 0,019 g ($3,8 \times 10^{-3}$ partes en peso por 100 partes en peso del oligómero de bajo peso molecular) del catalizador de policondensación A en etilenglicol, y la suspensión se cargó a continuación en el reactor de policondensación. Adicionalmente, se añadieron 0,028 g de una solución acuosa de ácido fosfórico (0,024 g en términos de ácido fosfórico; $5,6 \times 10^{-3}$ partes en peso por 100 partes en peso del oligómero de bajo peso molecular) en el reactor de policondensación.

55 Con posterioridad, la temperatura en el reactor se incrementó de 260°C a 280°C durante una hora. Mientras se mantenía la temperatura, la presión se redujo de la presión normal a una presión absoluta de 40 Pa. Después, mientras se mantenía la presión, se continuó el calentamiento para llevar a cabo la reacción de policondensación en estado fundido hasta que la carga aplicada al motor del agitador alcanzó la magnitud predeterminada.

60 Una vez terminada la reacción de policondensación, la presión en el reactor se hizo volver a la presión normal con nitrógeno gaseoso. El poliéster resultante se descargó en forma de hebra a través de una abertura de salida en el fondo del reactor. El la hebra se enfrió rápidamente y se cortó, proporcionando bolitas de poliéster a-1.

El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster a-2)

5 Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster a-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar policondensación del poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster a-2.

10 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 2

15 (Preparación del catalizador de policondensación B)

20 Se colocaron 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 litros de capacidad. A la suspensión de hidróxido de magnesio se le añadieron 3,2 L de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/L en términos de TiO_2) y 3,2 L de solución acuosa de hidróxido de sodio (99,6 g/L en términos de NaOH) gota a gota simultáneamente durante cuatro horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzara 10,0. Una vez completada la adición, el producto resultante se envejeció durante una hora, seguido de filtración y lavado con agua, para proporcionar partículas de hidróxido de magnesio que contenían una capa de recubrimiento interior formada por ácido tánico.

25 Se añadieron gota a gota simultáneamente 2214 g de solución acuosa de oxicluro de zirconio (10% en peso en términos de ZrO_2) y una solución acuosa de hidróxido de sodio a la suspensión acuosa de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían la capa de recubrimiento interior sobre las mismas durante cuatro horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzara 10,0. Una vez completada la adición, el producto resultante se envejeció durante una hora, formando de este modo una capa de recubrimiento exterior formada por óxido de zirconio sobre la capa de recubrimiento interior de las partículas de hidróxido de magnesio.

35 La suspensión acuosa así obtenida de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre las superficies la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior se filtró y la torta obtenida se lavó con agua y se secó. El producto secado se disgregó a continuación para proporcionar un catalizador de policondensación B de la invención que tenía 20 partes en peso de capa de recubrimiento interior formada por ácido tánico y 20 partes en peso de capa de recubrimiento exterior formada por óxido de zirconio, cada una con respecto a 100 partes en peso del hidróxido de magnesio.

40 (Producción de poliéster b-1)

45 Se colocaron en un reactor 430 g de ácido tereftálico y 190 g de etilenglicol y se agitaron en una atmósfera de nitrógeno para preparar una suspensión. Se llevó a cabo una reacción de esterificación durante cuatro horas mientras se mantenía la temperatura en el reactor a una temperatura de 250°C y la presión relativa basada en la presión atmosférica se mantuvo en $1,2 \times 10^5$ Pa. Se transfirieron 500 g del oligómero de bajo peso molecular así obtenido a un reactor de policondensación mantenido a una temperatura de 250°C y a presión normal en una atmósfera de gas nitrógeno.

50 Se preparó una suspensión dispersando 0,019 g ($3,8 \times 10^{-3}$ partes en peso por 100 partes en peso del oligómero de bajo peso molecular) del catalizador de policondensación B en etilenglicol y la suspensión se cargó después en el reactor de policondensación. Adicionalmente, se añadieron 0,028 g de una solución acuosa de ácido fosfórico (0,024 g en términos de ácido fosfórico, $5,6 \times 10^{-3}$ partes en peso por 100 partes en peso del oligómero de bajo peso molecular) al reactor de policondensación.

55 Con posterioridad, la temperatura en el reactor se incrementó de 260°C a 280°C durante una hora. Mientras se mantenía la temperatura, la presión se redujo de la presión normal a una presión absoluta de 40 Pa. A continuación, mientras se mantenía la presión, se continuó el calentamiento para llevar a cabo la reacción de policondensación en estado fundido hasta que la carga aplicada al motor del agitador alcanzó la cantidad predeterminada.

60 Una vez terminada la reacción de policondensación, la presión en el reactor se hizo volver a la presión normal con nitrógeno gaseoso. El poliéster resultante se descargó en forma de hebra a través de una abertura de salida en el fondo del reactor. La hebra se enfrió rápidamente y se cortó, proporcionando bolitas de poliéster b-1.

El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster

obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster b-2)

5 Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster b-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de esta manera se calentaron en una corriente de nitrógeno a una temperatura de 225°C durante 18 horas para realizar una policondensación del poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo bolitas de poliéster b-2.

10 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

15 Ejemplo 3

(Preparación del catalizador de policondensación E)

20 Se colocaron 9,0 L de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/L) obtenida en el Ejemplo de referencia 1 en un reactor de 25 L de capacidad. Después, se añadieron gota a gota 3,2 L de una solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/L en términos de TiO_2) y 3,2 L de una solución acuosa de hidróxido de sodio (99,6 g/L en términos de NaOH) simultáneamente a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio durante 4 horas, de manera que la suspensión acuosa tuviera un pH de 10,0. Después de completar la adición gota a gota, el producto resultante se envejeció durante una hora, y después se filtró y se lavó con agua, proporcionando de ese modo partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico.

30 A la suspensión acuosa de las partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre las superficies la capa de recubrimiento interior así obtenida, se le añadieron 1572 g de una solución acuosa de silicato de sodio (29% en peso en términos de SiO_2) y ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5. Una vez completada la adición, el producto resultante se envejeció durante una hora, formando de este modo una capa de recubrimiento exterior de un óxido de silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior.

35 La suspensión acuosa así obtenida de las partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre las superficies la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior se filtró y la torta obtenida se lavó con agua y se secó. El producto secado se disgregó para proporcionar un catalizador de policondensación E de la invención que tenía 20 partes en peso de capa de recubrimiento interior formada por ácido titánico y 40 partes en peso de capa de recubrimiento exterior formada por óxido de silicio, cada una con respecto a 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

40 (Producción de poliéster e-1)

45 Se utilizó el catalizador de policondensación E, y por lo demás de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo poliéster e-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster e-2)

50 Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster e-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster e-2.

55 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

60 Ejemplo 4

(Preparación del catalizador de policondensación F)

Se colocaron 9,0 L de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/L) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 L de capacidad. Después, se añadieron gota a gota 3,2 L de una solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/L en términos de TiO_2 y 3,2 L de una solución acuosa de hidróxido de sodio (99,6 g/L en términos de NaOH) simultáneamente a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio durante 4 horas, de manera que la suspensión acuosa tuviera un pH de 10,0. Después de completar la adición gota a gota, el producto resultante se envejeció durante una hora, y después se filtró y se lavó con agua, proporcionando de ese modo partículas de hidróxido de magnesio que tenían sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico.

A la suspensión acuosa de las partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre las superficies la capa de recubrimiento interior así obtenida, se le añadieron 382 g de una solución acuosa de silicato de sodio (29% en peso en términos de SiO_2) y 990 g de una solución acuosa de aluminato sódico (19% en peso en términos de Al_2O_3) y a continuación se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH de la suspensión alcanzó 8,5. Una vez completada la adición, el producto resultante se envejeció durante una hora, formando de este modo una capa de recubrimiento exterior formada por un óxido compuesto de silicio y aluminio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior.

La suspensión acuosa así obtenida de las partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre las superficies la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior se filtró y la torta obtenida se lavó con agua y se secó. El producto secado se disgregó para proporcionar un catalizador de policondensación F de la invención que tenía 20 partes en peso de capa de recubrimiento interior formada por ácido titánico y 40 partes en peso de capa de recubrimiento exterior formada por óxido de silicio y aluminio, cada una con respecto a 100 Partes en peso de hidróxido de magnesio.

(Producción de poliéster f-1)

Se utilizó el catalizador de policondensación F y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster f-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster f-2)

Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster e-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación del poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster f-2.

El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 5

(Preparación del catalizador de policondensación G)

Se utilizaron 11,1 L de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/L) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo un catalizador de policondensación G de la invención que tenía 20 partes en peso de la capa de recubrimiento interior formada por ácido titánico y 40 partes en peso de la capa de recubrimiento exterior formada por óxido de aluminio, cada una con respecto a 100 partes en peso de hidrotalcita.

(Producción de poliéster g-1)

Se utilizó el catalizador de policondensación G y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster g-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster g-2)

Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster g-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una

corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster g-2.

5 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 6

10 (Preparación del catalizador de policondensación H)

15 Se utilizaron 11,1 L de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/L) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 y por lo demás de la misma manera que en el Ejemplo 3, se obtuvo un catalizador de policondensación H de la invención que tenía 20 partes en peso de la capa de recubrimiento interior formada por ácido titánico y 40 partes en peso de la capa de recubrimiento exterior formada por óxido de silicio, cada una con respecto a 100 partes en peso de hidrotalcita.

(Producción de poliéster h-1)

20 Se utilizó el catalizador de policondensación H y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster h-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

25 (Producción de poliéster h-2)

30 Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster h-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster h-2.

35 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 7

40 (Preparación del catalizador de policondensación I)

45 Se utilizaron 11,1 L de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/L) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 4, se obtuvo un catalizador de policondensación I de la invención que tenía 20 partes en peso de la capa de recubrimiento interior formada por ácido titánico y 40 partes en peso de la capa de recubrimiento exterior formada por óxido compuesto de silicio y aluminio, cada uno con respecto a 100 partes en peso de hidrotalcita.

(Producción de poliéster i-1)

50 Se utilizó el catalizador de policondensación I y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster i-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

55 (Producción de poliéster i-2)

60 Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster i-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y después se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster i-2.

El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo Comparativo 1

(Preparación del catalizador de policondensación C)

5 Se prepararon 4,8 L de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/L en términos de TiO_2) y 4,8 L de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/L en términos de NaOH). Se colocaron 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. A continuación, la disolución acuosa de tetracloruro de titanio y la solución acuosa de hidróxido sódico se añadieron gota a gota simultáneamente a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio durante seis horas, de manera que la suspensión acuosa tuviera un pH de 10,0. Una vez completada la adición, el producto resultante se envejeció durante una hora, formando de este modo una capa de recubrimiento formada por ácido titánico sobre las superficies de las partículas de hidróxido de magnesio.

15 La suspensión acuosa así obtenida de las partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre las superficies la capa de recubrimiento de ácido titánico se filtró y la torta obtenida se lavó con agua y se secó. El producto secado se disgregó a continuación para proporcionar un catalizador de policondensación C como ejemplo comparativo. El catalizador tenía la capa de recubrimiento formada por ácido titánico en una cantidad de 30 partes en peso en términos de TiO_2 con respecto a 100 partes en peso del hidróxido de magnesio.

20 (Producción de poliéster c-1)

Se utilizó el catalizador de policondensación C y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster c-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster c-2)

30 Después de colocar 20 g de gránulos del poliéster c-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a una temperatura de 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster c-2.

35 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo Comparativo 2

(Preparación del catalizador de policondensación D)

45 Se prepararon 3,2 L de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/L en términos de TiO_2) y 3,2 L de solución acuosa de hidróxido de sodio (99,6 g/L en términos de NaOH). Se colocaron 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. A continuación, la disolución acuosa de tetracloruro de titanio y la solución acuosa de hidróxido sódico se añadieron gota a gota simultáneamente a la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio durante seis horas, de manera que la suspensión acuosa tuviera un pH de 10,0. Una vez completada la adición, el producto resultante se envejeció durante una hora, formando de este modo una capa de recubrimiento formada por ácido titánico sobre las superficies de las partículas de hidróxido de magnesio.

55 La suspensión acuosa así obtenida de partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre las superficies la capa de recubrimiento de ácido titánico se filtró y la torta obtenida se lavó con agua y se secó. El producto secado se disgregó después para proporcionar un catalizador de policondensación D como un ejemplo comparativo. El catalizador tenía la capa de recubrimiento formada por ácido titánico en una cantidad de 20 partes en peso en términos de TiO_2 con respecto a 100 partes en peso del hidróxido de magnesio.

(Producción de poliéster d-1)

60 Se utilizó el catalizador de policondensación D y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster d-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster d-2)

Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster d-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y después se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a una temperatura de 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster d-2.

El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo Comparativo 3

(Producción de poliéster o-1)

Se obtuvo el poliéster o-1 de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se utilizaron 0,098 g de trióxido de antimonio ($2,0 \times 10^{-2}$ partes en peso por 100 partes en peso del oligómero de bajo peso molecular) en lugar del catalizador de policondensación A. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster o-2)

Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster o-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a una temperatura de 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster o-2.

El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo comparativo 4

(Preparación del catalizador de policondensación J)

Se colocaron 9,0 L de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/L) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 L de capacidad y después se aumentó la temperatura a 60°C. Mientras que la temperatura se mantenía a 60°C, se añadieron 1981,2 g de solución acuosa de aluminato de sodio (19% en peso en términos de Al_2O_3). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de este modo una capa de recubrimiento interior de óxido de aluminio sobre la superficie de partículas de hidróxido de magnesio.

A la suspensión de partículas de hidróxido de magnesio que tienen la capa de recubrimiento interior sobre las mismas, se le añadieron gota a gota simultáneamente 3,2 L de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/L en términos de TiO_2) y 3,2 L de solución acuosa de hidróxido sódico (99,6 g/L en términos de NaOH) durante 4 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzara 10,0. Una vez completada la adición gota a gota, se llevó a cabo el envejecimiento durante 1 hora y, de este modo, se formó una capa de recubrimiento exterior de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interior.

La suspensión acuosa así obtenida de las partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre las superficies la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior se filtró y la torta obtenida se lavó con agua y se secó. El producto secado se disgregó para proporcionar un catalizador de policondensación J como un ejemplo comparativo que tenía 20 partes en peso de capa de recubrimiento interior de óxido de aluminio y 20 partes en peso de capa de recubrimiento exterior formada por ácido titánico, cada una con respecto a 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

(Producción de poliéster j-1)

Se utilizó el catalizador de policondensación J, y por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster j-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y

el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster j-2)

5 Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster j-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster j-2.

10 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

15 Ejemplo Comparativo 5

(Preparación del catalizador de policondensación K)

20 Se colocaron 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 litros de capacidad y después se aumentó la temperatura a 60°C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 2214 g de solución acuosa de oxiclورو de zirconio (10% en peso en términos de ZrO₂). Adicionalmente, se añadió una solución acuosa de hidróxido sódico hasta que el pH alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de este modo una capa de recubrimiento interior de óxido de circonio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

25 A la suspensión de partículas de hidróxido de magnesio que tienen la capa de recubrimiento interior sobre las mismas, se le añadieron gota a gota simultáneamente 3,2 L de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/L en términos de TiO₂) y 3,2 L de solución acuosa de hidróxido de sodio (99,6 g/L en términos de NaOH) durante 4 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzara 10,0. Una vez completada la adición gota a gota, se llevó a cabo el envejecimiento durante 1 hora y, de este modo, se formó una capa de recubrimiento exterior de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interior.

35 La suspensión acuosa así obtenida de las partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre las superficies la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior se filtró y la torta obtenida se lavó con agua y se secó. El producto secado se disgregó para proporcionar un catalizador de policondensación K como un ejemplo comparativo que tenía 20 partes en peso de capa de recubrimiento interior de óxido de circonio y 20 partes en peso de capa de recubrimiento exterior formada por ácido titánico, cada una con respecto a 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

40 (Producción de poliéster k-1)

45 Se utilizó el catalizador de policondensación K y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster k-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster k-2)

50 Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster k-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster k-2.

55 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

60 Ejemplo Comparativo 6

(Preparación del catalizador de policondensación L)

Se colocaron 9,0 L de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/L) obtenida en el Ejemplo de

Referencia 1 en un reactor de 25 L de capacidad y después se aumentó la temperatura a 60°C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 763,6 g de solución acuosa de silicato de sodio (29% en peso en términos de SiO₂). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de este modo una capa de recubrimiento interior de óxido de silicio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

A la suspensión de partículas de hidróxido de magnesio que tienen la capa de recubrimiento interior sobre las mismas, se le añadieron gota a gota simultáneamente 3,2 L de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/L en términos de TiO₂) y 3,2 L de solución acuosa de hidróxido de sodio (99,6 g/L en términos de NaOH) durante 4 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzara 10,0. Una vez completada la adición gota a gota, se llevó a cabo el envejecimiento durante 1 hora y, de este modo, se formó una capa de recubrimiento exterior de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interior.

La suspensión acuosa así obtenida de las partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre las superficies la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior se filtró y la torta obtenida se lavó con agua y se secó. El producto secado se disgregó para proporcionar un catalizador de policondensación L como un ejemplo comparativo que tenía 20 partes en peso de capa de recubrimiento interior de óxido de silicio y 20 partes en peso de capa de recubrimiento exterior formada por ácido titánico, cada una con respecto a 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

(Producción de poliéster 1-1)

Se utilizó el catalizador L de policondensación y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster 1-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster 1-2)

Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster 1-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster 1-2.

El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo comparativo 7

(Preparación del catalizador de policondensación M)

Se colocaron 9,0 L de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (123 g/L) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en un reactor de 25 L de capacidad y después se aumentó la temperatura a 60°C. Mientras se mantenía la temperatura, se añadieron 382 g de solución acuosa de silicato de sodio (29% en peso en términos de SiO₂) y 990,4 g de solución acuosa de aluminato de sodio (19% en peso en términos de Al₂O₃). Adicionalmente, se añadió ácido sulfúrico hasta que el pH alcanzó 8,5, seguido de envejecimiento durante 1 hora. La suspensión resultante se filtró y se lavó con agua, formando de este modo una capa de recubrimiento interior formada por óxido compuesto de silicio y aluminio sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio.

A la suspensión de partículas de hidróxido de magnesio que tienen la capa de recubrimiento interior sobre las mismas, se le añadieron gota a gota simultáneamente 3,2 L de solución acuosa de tetracloruro de titanio (69,2 g/L en términos de TiO₂) y 3,2 L de solución acuosa de hidróxido de sodio (99,6 g/L en términos de NaOH) durante 4 horas, de manera que el pH de la suspensión alcanzara 10,0. Una vez completada la adición gota a gota, se llevó a cabo el envejecimiento durante 1 hora y, de este modo, se formó una capa de recubrimiento exterior de ácido titánico sobre la capa de recubrimiento interior.

La suspensión acuosa así obtenida de las partículas de hidróxido de magnesio que tienen sobre las superficies la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior se filtró y la torta obtenida se lavó con agua y se secó. El producto secado se disgregó para proporcionar un catalizador de policondensación M como un ejemplo comparativo que tenía 20 partes en peso de capa de recubrimiento interior formada por óxido compuesto de silicio y aluminio y 20 partes en peso de capa de recubrimiento exterior formada por ácido titánico, cada una con respecto a 100 partes en peso de hidróxido de magnesio.

(Producción de poliéster m-1)

5 Se utilizó el catalizador de policondensación M, y por lo demás de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster m-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster m-2)

10 Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster m-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y después se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación de poliéster en estado sólido, proporcionando de este modo el poliéster m-2.

15 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

20 Ejemplo Comparativo 8

(Preparación del catalizador de policondensación N)

25 Se utilizaron 11,1 L de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/L) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2, y por lo demás de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 6, se obtuvo un catalizador N de policondensación como un ejemplo comparativo que tenía 20 partes en peso de capa de recubrimiento interior formada por óxido de silicio y 20 partes en peso de capa de recubrimiento exterior formada por ácido titánico, cada una con respecto a 100 partes en peso de hidrotalcita.

30 (Producción de poliéster n-1)

35 Se utilizó el catalizador de policondensación N y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster n-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster n-2)

40 Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster m-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y después se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación en estado sólido del poliéster, proporcionando de este modo el poliéster n-2.

45 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

50 Ejemplo Comparativo 9

(Preparación del catalizador de policondensación P)

55 Se utilizaron 11,1 L de la suspensión acuosa de hidrotalcita (100 g/L) obtenida en el Ejemplo de Referencia 2, y por lo demás de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 2, se obtuvo un catalizador de policondensación P como un ejemplo comparativo que tenía 20 partes en peso de capa de recubrimiento formada por ácido titánico con respecto a 100 partes en peso de hidrotalcita.

(Producción de poliéster p-1)

60 Se utilizó el catalizador de policondensación P y, por lo demás, de la misma manera que en el Ejemplo 1, se obtuvo el poliéster p-1. El tiempo de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado fundido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 1.

(Producción de poliéster p-2)

- 5 Después de colocar 20 g de bolitas del poliéster p-1 en un reactor de circulación de lecho fijo, éstas se secaron con corriente de nitrógeno a una temperatura de 160°C durante cuatro horas y a continuación se cristalizaron a una temperatura de 190°C durante una hora. Las bolitas de poliéster tratadas de ese modo se calentaron en una corriente de nitrógeno a 225°C durante 18 horas para realizar la policondensación en estado sólido del poliéster, proporcionando de este modo el poliéster p-2.
- 10 El tiempo de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster, la viscosidad intrínseca del poliéster obtenido, la velocidad de policondensación en estado sólido en la producción del poliéster y el tono de color del poliéster obtenido se muestran en la Tabla 2.

TABLA 1

	Poliéster	Catalizador de poli-condensación	Tiempo de poli-condensación en estado fundido (min.)	Viscosidad Intrínseca (VI) (dL/g)	Velocidad de poli-condensación en estado fundido (VI/h)	Tono de color del poliéster		
						L	a	b
Ejemplo 1	a-1	A	179	0,610	0,204	48,7	0,6	1,2
Ejemplo 2	b-1	B	183	0,647	0,212	52,9	0,1	1,7
Ejemplo 3	e-1	E	199	0,637	0,192	50,7	0,4	1,8
Ejemplo 4	f-1	F	187	0,645	0,207	51,3	0,3	1,6
Ejemplo 5	g-1	G	194	0,622	0,192	50,2	0,8	1,3
Ejemplo 6	h-1	H	180	0,615	0,205	51,0	0,7	1,4
Ejemplo 7	i-1	I	182	0,633	0,209	51,5	0,2	1,9
Comparativo 1	c-1	C	197	0,644	0,196	51,1	-0,8	1,7
Comparativo 2	d-1	D	179	0,643	0,216	52,3	-0,1	1,6
Comparativo 3	o-1	Sb ₂ O ₃	232	0,643	0,166	49,9	-1,3	2,5
Comparativo 4	j-1	J	180	0,648	0,216	52,1	0,2	1,8
Comparativo 5	k-1	K	183	0,653	0,214	51,7	0,6	1,7
Comparativo 6	l-1	L	239	0,613	0,154	53,2	0,9	1,9
Comparativo 7	m-1	M	200	0,650	0,195	52,9	0,2	1,6
Comparativo 8	n-1	N	187	0,622	0,200	51,9	0,8	1,8
Comparativo 9	p-1	P	180	0,642	0,214	53,8	0,1	1,9

15

TABLA 2

	Poliéster	Catalizador de poli-condensación	Tiempo de poli-condensación en estado sólido (h)	Viscosidad Intrínseca (VI) (dL/g)	Velocidad de poli-condensación en estado sólido (Δ VI/h)	Tono de color del poliéster		
						L	a	b
Ejemplo 1	a-2	A	18	0,847	0,0132	76,1	1,9	2,0
Ejemplo 2	b-2	B	18	0,850	0,0113	78,1	0,9	2,0
Ejemplo 3	e-2	E	18	0,849	0,0118	76,4	1,8	2,4
Ejemplo 4	f-2	F	18	0,842	0,0109	77,3	1,2	1,9

	Poliéster	Catalizador de poli-condensación	Tiempo de poli-condensación en estado sólido (h)	Viscosidad Intrínseca (VI) (dL/g)	Velocidad de poli-condensación en estado sólido ($\Delta VI/h$)	Tono de color del poliéster		
						L	a	b
Ejemplo 5	g-2	G	18	0,828	0,0114	75,5	2,9	2,4
Ejemplo 6	h-2	H	18	0,833	0,0121	76,9	1,6	2,2
Ejemplo 7	i-2	I	18	0,821	0,0104	77,0	0,7	1,9
Comparativo 1	c-2	C	18	0,816	0,0096	78,1	0,7	1,7
Comparativo 2	d-2	D	18	0,740	0,0054	78,8	0,8	1,9
Comparativo 3	o-2	Sb ₂ O ₃	18	0,848	0,0114	76,4	1,5	2,0
Comparativo 4	j-2	J	18	0,786	0,0077	77,9	1,1	3,7
Comparativo 5	k-2	K	18	0,792	0,0077	75,8	0,8	3,4
Comparativo 6	l-2	L	18	0,749	0,0076	80,9	0,1	3,3
Comparativo 7	m-2	M	18	0,786	0,0076	78,4	0,2	4,0
Comparativo 8	n-2	N	18	0,788	0,0092	80,4	1,3	3,8
Comparativo 9	p-2	P	18	0,813	0,0095	78,4	1,0	3,8

Como se muestra en la Tabla 2, el catalizador de la invención proporciona un poliéster de elevado peso molecular y excelente tono de color a una actividad de polimerización en la policondensación en estado sólido o a una velocidad de aumento de la viscosidad intrínseca por tiempo sustancialmente igual a la del catalizador de antimonio y mayor que el del catalizador de ácido titánico convencional.

5

REIVINDICACIONES

1. Un catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o un derivado de formación de éster del mismo y un glicol, en donde el catalizador de policondensación comprende partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior de ácido titánico en una cantidad de 0,1 a 50 partes en peso en términos de TiO_2 por 100 partes en peso de la base sólida, y una capa de recubrimiento exterior de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre aluminio, zirconio y silicio, o de un óxido compuesto de al menos dos elementos seleccionados entre aluminio, zirconio y silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior en una cantidad de 1 a 50 partes en peso por 100 partes en peso de la base sólida, en donde el ácido titánico es un óxido de titanio hidratado representado por la fórmula general $\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ en donde n es un número que satisface $0 < n \leq 2$.

2. El catalizador de policondensación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la base sólida es hidróxido de magnesio.

3. El catalizador de policondensación de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la base sólida es hidrotalcita.

4. Un método para producir un catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o un derivado de formación de éster del mismo y un glicol, comprendiendo el catalizador de policondensación partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior y una capa de recubrimiento exterior, en donde el método comprende:

añadir una solución acuosa de un compuesto de titanio y una solución acuosa de un álcali a una suspensión acuosa de partículas de una base sólida de manera que la suspensión acuosa tenga un pH en el intervalo de 5 a 12 para formar de ese modo una capa de recubrimiento interior de ácido titánico sobre las superficies de las partículas de la base sólida, en donde el ácido titánico es un óxido de titanio hidratado representado por la fórmula general $\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ en donde n es un número que satisface $0 < n \leq 2$;

añadir una solución acuosa de al menos una seleccionada entre una sal de aluminio soluble en agua y una sal de zirconio soluble en agua y una solución acuosa de un álcali a una suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida de manera que se forma una capa de recubrimiento exterior de un óxido de al menos un elemento seleccionado entre aluminio y zirconio, o de un óxido compuesto de aluminio y zirconio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior; y

filtrar la suspensión acuosa de las partículas de la base sólida que tienen la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior sobre las mismas, lavar con agua y secar la torta obtenida, seguido de disgregación del producto secado obtenido.

5. Un método para producir un catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o un derivado de formación de éster del mismo y un glicol, comprendiendo el catalizador de policondensación partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior y una capa de recubrimiento exterior, en donde el método comprende:

añadir una solución acuosa de un compuesto de titanio y una solución acuosa de un álcali a una suspensión acuosa de partículas de una base sólida de manera que la suspensión acuosa tenga un pH en el intervalo de 5 a 12 para formar de ese modo una capa de recubrimiento interior de ácido titánico sobre las superficies de las partículas de la base sólida, en donde el ácido titánico es un óxido de titanio hidratado representado por la fórmula general $\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ en donde n es un número que satisface $0 < n \leq 2$;

añadir una solución acuosa de un silicato soluble en agua y un ácido a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida para formar así una capa de recubrimiento exterior de un óxido de silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior; y

filtrar la suspensión acuosa de las partículas de la base sólida que tienen la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior sobre las mismas, lavar con agua y secar la torta obtenida, seguido de la disgregación del producto seco obtenido.

6. Un método para producir un catalizador de policondensación para producir poliéster mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre un ácido dicarboxílico o un derivado de formación de éster del mismo y un glicol, comprendiendo el catalizador de policondensación partículas de una base sólida que tienen sobre las superficies una capa de recubrimiento interior y una capa de recubrimiento exterior, en donde el método comprende:

añadir una solución acuosa de un compuesto de titanio y una solución acuosa de un álcali a una suspensión acuosa de partículas de una base sólida de manera que la suspensión acuosa tenga un pH en el intervalo de 5 a 12 para formar de ese modo una capa de recubrimiento interior de ácido titánico sobre las superficies de las

- partículas de la base sólida, en donde el ácido titánico es un óxido de titanio hidratado representado por la fórmula general $TiO_2 \cdot nH_2O$ en donde n es un número que satisface $0 < n \leq 2$;
- añadir una solución acuosa de al menos una seleccionada entre una sal de aluminio soluble en agua y una sal de circonio soluble en agua y una solución acuosa de un silicato soluble en agua a la suspensión acuosa resultante de las partículas de la base sólida para formar así una capa de recubrimiento exterior de un óxido compuesto de al menos un elemento seleccionado entre aluminio y circonio y silicio sobre la superficie de la capa de recubrimiento interior; y
- filtrar la suspensión acuosa de las partículas de la base sólida que tienen la capa de recubrimiento interior y la capa de recubrimiento exterior sobre las mismas, lavar con agua y secar la torta obtenida, seguido de la disgregación del producto secado obtenido.
7. Un método para producir poliéster que comprende someter un ácido dicarboxílico o un derivado de formación de éster del mismo y un glicol a policondensación en estado fundido en presencia del catalizador de policondensación de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3.
8. Un método para producir poliéster que comprende preparar un oligómero que comprende un éster bis-(hidroxialquílico) de un ácido dicarboxílico aromático mediante una reacción de esterificación o una reacción de transesterificación entre el ácido dicarboxílico aromático o un derivado de formación de éster del mismo y un alquilenglicol y someter a continuación el oligómero a policondensación en estado fundido en presencia del catalizador de policondensación de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3.
9. El método para producir poliéster de acuerdo con la reivindicación 7 u 8, en donde el poliéster resultante se somete adicionalmente a policondensación en estado sólido.
10. Un poliéster producido por un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9.