(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 629 162**

(51) Int. Cl.:

B07B 4/08 (2006.01)
C08G 63/78 (2006.01)
C08G 63/80 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.02.2010 PCT/EP2010/052248**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **26.08.2010 WO10094807**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.02.2010 E 10704939 (7)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.03.2017 EP 2398598**

(54) Título: **Procedimiento para la fabricación de partículas de poliéster para un elevado rendimiento en una línea**

(30) Prioridad:

23.02.2009 DE 102009009957

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
07.08.2017

(73) Titular/es:

BÜHLER AG (100.0%)
9240 Uzwil, CH y
POLYMETRIX AG (100.0%)

(72) Inventor/es:

CULBERT, BRENT ALLAN;
RODRIGUES, MAURICIO;
CHRISTEL, ANDREAS y
GIGER, FRANZ

(74) Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 629 162 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la fabricación de partículas de poliéster para un elevado rendimiento en una línea

La invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de un poliéster termoplástico de acuerdo con el concepto genérico de la reivindicación 1.

En la práctica se conocen procedimientos para la fabricación de partículas de poliéster por medio de una etapa de polimerización en la fase de fundido y una subsiguiente etapa de polimerización en la fase sólida. Para el mejoramiento de la rentabilidad de tales métodos se requieren siempre elevadas ratas específicas de rendimiento en una línea de producción. Para el tratamiento de elevados rendimientos en la fase sólida se requieren para ello siempre reactores grandes.

Sin embargo, para reactores con diámetro grande de contenedor surge una elevada presión de producto en el reactor, lo cual a su vez limita la máxima temperatura aceptable de reactor y con ello conduce a tiempos de residencia más prolongados y reactores aún más grandes. Si a través del reactor fluye un gas de proceso, con la altura del reactor aumenta la caída de presión en el reactor, lo cual a su vez limita la cantidad de proceso aceptable y ello así mismo conduce a mayores tiempos de residencia y reactores aún más grandes. Simultáneamente, el costo del edificio para el tratamiento de grandes cantidades de producto es siempre mayor para reactores grandes, cuando el calentamiento de la partícula debería ocurrir a un nivel local superior del reactor. Para impedir esto, pueden suministrarse partículas calientes de una etapa de calentamiento en el acceso del reactor.

Para grandes alturas de reactor surgen también grandes alturas de entrega. Para grandes alturas de entrega sin embargo el deterioro del producto en la entrega es un factor limitante.

Con ello, para una operación rentable tienen que limitarse el tamaño del reactor, la caída de presión en el reactor y los costos de edificio. Simultáneamente tiene que ponerse a disposición un procedimiento suave para la entrega de partículas calientes de prepolímero de poliéster.

Por ello, el objetivo de la presente invención es poner a disposición un procedimiento tan económico como sea posible, que permita el tratamiento suave de grandes cantidades de partículas de poliéster en la fase sólida.

El documento DE 102005025975A1 divulga reactores que procesan hasta 60t/h de granulado de poliéster. Se indican datos sobre tiempo de residencia del material que va a ser procesado en el reactor, volumen de reactor y relación UD del reactor.

Entre tanto, sin embargo no se dan datos sobre cómo tiene que acondicionarse de manera óptima la operación de un reactor individual, para minimizar el riesgo de adhesión de producto, la resistencia del gas a la perfusión y el deterioro del producto en la entrega. Se describe que se usan varios reactores conectados en serie con varias entregas de producto y varias corrientes de gas de proceso.

Frente al estado de la técnica, la presente invención hace posible especificar las condiciones de proceso, el dimensionamiento del reactor y del dimensionamiento de la entrega para elevadas ratas específicas de rendimiento para un reactor.

De acuerdo con la invención, se logra el objetivo con un procedimiento para la fabricación de un poliéster termoplástico con los rasgos de la reivindicación 1, mediante la ocurrencia del tratamiento en fase sólida en reactores, mediante el flujo de la partícula con una elevada velocidad de descenso, impidiendo de ese modo la adhesión del producto a temperaturas tan altas como sea posible. De este modo, de acuerdo con la reivindicación 1 el tratamiento ocurre en la fase sólida del poliéster en un reactor, en el que la velocidad de descenso de la partícula es mayor a 2.6 a 6 metros por hora.

Además, las partículas calientes de prepolímero de poliéster se entregan mediante al menos una etapa de entrega de un nivel (H0) inicial a un nivel (HR) de acceso en el reactor, en el que el nivel (HR) de acceso está por encima del nivel (H0) inicial y está dispuesto preferiblemente entre 40 y 80m por encima del nivel (H0) inicial.

Además, las partículas de prepolímero de poliéster son conducidas, preferiblemente antes de la etapa de calentamiento previo, a través de un dispositivo de retiro de polvo.

La presente invención se refiere además a un dispositivo para la fabricación de un poliéster termoplástico, que comprende

a) un reactor de policondensación en fundido para la fabricación de partículas de prepolímero de poliéster con una viscosidad intrínseca entre 0.35 y 0.75 dl/g

b) por lo menos un cristalizador para la cristalización de la partícula de prepolímero de poliéster para la fabricación

de partículas parcialmente cristalinas de prepolímero de poliéster

c) por lo menos un calentador previo para el calentamiento de las partículas parcialmente cristalinas de prepolímero de poliéster hasta una temperatura adecuada de reacción para la fabricación de partículas calentadas de prepolímero de poliéster

d) por lo menos un reactor para la fabricación de partículas de polímero de poliéster, con una viscosidad intrínseca entre 0.70 y 0.95 dl/g,

en el que el aumento de la viscosidad intrínseca es de al menos 0.05, en particular al menos 0.1dl/g, en el que la viscosidad intrínseca (I.V.) es determinada mediante la medición de la viscosidad relativa (R.V.) de una muestra de poliéster con una concentración de 0.5% (0.5g/dl) en una mezcla de fenol/diclorobenceno (50 : 50 % en peso) a 25°C con un viscosímetro Ubbelohde (de acuerdo con instrucción DIN Nr. 53728, parte 3 de enero de 1985) mediante la ecuación $I.V. = \frac{\sqrt{1+1.4(R.V.-1)}-1}{0.35}$ (dl/g),

caracterizado porque antes del calentador c) previo está dispuesto un dispositivo de retiro de polvo,

el nivel (HR) de acceso en el reactor está entre 40 y 80m por encima del nivel de descarga H0 del calentador c) previo, y

el reactor puede ser operado preferiblemente con una velocidad másica de entre 40 y 100 toneladas de partícula por hora, un tiempo de residencia de la partícula en el entre 6 y 30 horas y una velocidad de descenso de la partícula en el reactor mayor a 2.6 a 6 metros por hora.

De acuerdo con una forma preferida de realización, el procedimiento de acuerdo con la invención debería ocurrir en reactores, a través de los cuales fluye una corriente de gas, cuya caída de presión está limitada, para poder usar reactores que no se clasifican como recipientes a presión. De acuerdo con la invención, la entrega de partículas ocurre sobre un gran trayecto vertical en reactores altos, en los que se prefieren una entrega suave para el producto a baja velocidad de entrega, puesto que mediante ello pueden reducirse la abrasión de producto y formación de polvo fino. De acuerdo con una forma preferida de realización, el procedimiento de acuerdo con la invención ocurre por medio de una entrega neumática.

El procedimiento de acuerdo con la invención sirve para la fabricación de un poliéster, en el que se prefiere en particular la fabricación de polietilentereftalato o uno de sus copolímeros.

Los poliésteres son policondensados termoplásticos cristalizables, como por ejemplo polietilentereftalato (PET), polibutilentereftalato (PBT), politrimetiltereftalato (PTT), polietilennaftalato (PEN) o politrimetilnaftalato (PTN) que pueden estar presentes sea como homopolímeros o como copolímeros.

El poliéster es un polímero que es obtenido mediante policondensación de sus monómeros, un componente de diol y un componente de ácido dicarboxílico. Están para el uso diferentes componentes de diol, mayormente lineales o cíclicos con 2 a 10 átomos de C. Así mismo pueden estar para el uso diferentes componentes de ácido dicarboxílico, mayormente aromáticos, comúnmente con 1 a 3 anillos aromáticos. En lugar de los ácidos dicarboxílicos pueden usarse también sus correspondientes diésteres, en particular dimetilésteres.

Los poliésteres son obtenidos comúnmente mediante una reacción de policondensación por escisión de un producto de reacción de bajo peso molecular. Al respecto, la policondensación puede ocurrir directamente entre los monómeros o mediante una etapa intermedia, que a continuación son transformados mediante transesterificación, en la que la transesterificación nuevamente puede ocurrir por escisión de un producto de reacción de bajo peso molecular o mediante polimerización con apertura de anillo. Esencialmente, el poliéster así obtenido es lineal, en el que puede surgir un bajo número de ramificaciones.

El poliéster puede ser un material nuevo o uno reciclado.

A los poliésteres pueden añadirse aditivos. Como aditivos son adecuados por ejemplo catalizadores, colorantes y pigmentos, agentes para bloquear UV, agentes auxiliares de procesamiento, estabilizantes, modificadores de resistencia al impacto, propelentes de tipo químico y físico, materiales de relleno, agentes de formación de núcleo, agentes ignífugos, plastificantes, partículas que mejoran las propiedades de barrera o mecánicas, se prefieren cuerpos de refuerzo, como esferas o contenido de calcio entre 10 y 200ppm o un contenido de titanio entre 5 y 20ppm.

Un poliéster frecuentemente usado, sobre todo para la fabricación de cuerpos huecos, como por ejemplo recipientes, es polietilentereftalato (PET).

El polietilentereftalato es obtenido mediante policondensación por escisión de productos de reacción de bajo peso

molecular de sus monómeros, un componente de diol y un componente de ácido dicarboxílico. Al respecto, el componente de diol consiste predominantemente, en particular en más de 90 % molar, de etilenglicol (1,2 etanodiol) y el componente de ácido dicarboxílico consiste predominantemente, en particular en más de 90 %, de ácido tereftálico, en los que el contenido de comonómero está en total comúnmente entre 1 y 15 % molar, en particular entre 2 y 10 % molar.

En lugar del ácido tereftálico puede usarse también su correspondiente diéster, en particular dimetiléster. El contenido de comonómero corresponde al respecto a la suma del contenido de comonómero de diol y el contenido de comonómero de ácido dicarboxílico. El contenido de comonómero de diol es determinado como el número de mol de los comonómeros de diol referido al número total de mol de dioles. El contenido de comonómero de ácido dicarboxílico es determinado como el número de mol de comonómeros de ácido dicarboxílico referido al número total de mol de ácidos dicarboxílicos.

Como comonómeros entran en consideración otros compuestos de diol y de ácido dicarboxílico lineales, cíclicos o aromáticos. Son comonómeros típicos dietilenglicol (DEG), ácido isoftálico (IPA) o 1,4-bis-hidroximetil-ciclohexano (CHDM).

Como productos de reacción de bajo peso molecular surgen por ejemplo agua, etilenglicol, acetaldehído, metanol, así como todos los otros posibles dioles.

Para la fabricación de partículas de prepolímero de poliéster tiene que primero fabricarse un producto fundido de prepolímero de poliéster, el cual es entonces enfriado y moldeado hasta dar partículas.

La fabricación del producto fundido de prepolímero de poliéster ocurre al respecto mediante policondensación de los monómeros en fase líquida (policondensación en fase fundida). Comúnmente, la fabricación del fundido de policondensado ocurre en un proceso continuo.

Al respecto, tiene lugar comúnmente primero una etapa para la mezcla de los monómeros (fabricación de pasta), una etapa de esterificación y entonces una etapa de pre-policondensación bajo vacío. En el proceso convencional de fabricación de poliéster sigue así mismo bajo vacío una etapa de policondensación en el reactor de alta viscosidad (también denominado de terminación). Mediante ello surge un prepolímero de poliéster con una viscosidad intrínseca típicamente entre 0.35dl/g y 0.8dl/g, en particular mayor a 0.5dl/g y menor a 0.7dl/g. (comparar por ejemplo: Modern polyesters, Wiley Series en Polymer Science, editado por John Scheirs, J. Wiley & Sons Ltd, 2003; capítulo 2.4.2). La fabricación de poliéster puede ocurrir también en un proceso en lote (comparar por ejemplo: Modern polyesters, Wiley Series en Polymer Science, editado por John Scheirs, J. Wiley & Sons Ltd, 2003; capítulo 2.4.1)

De modo alternativo puede omitirse la etapa mencionada anteriormente de policondensación en el reactor de alta viscosidad. Mediante ello surge un prepolímero de poliéster de baja viscosidad con una viscosidad intrínseca típicamente entre 0.2dl/g y 0.5dl/g, en particular con más de 0.3dl/g y con menos de 0.45dl/g.

La fabricación del producto fundido de prepolímero de poliéster ocurre de manera alternativa también mediante fusión de poliésteres como producto crudo. Esto puede ocurrir por ejemplo mediante un equipo de amasado continuo o extrusor o también en un reactor de polimerización. Al respecto, los poliésteres están presentes en forma sólida, por ejemplo como granulados, polvos o tiras. Comúnmente, es ventajoso secar los poliésteres antes de la fusión. Opcionalmente, después de la fusión puede ocurrir otra etapa de policondensación. Así mismo, puede llevarse mediante fusión y despolimerización un poliéster ya altamente viscoso hasta un nivel de viscosidad menor.

El fundido de prepolímero de poliéster puede ser también fabricado a partir de una mezcla de poliéster recientemente polimerizado y poliéster fundido, en el que el poliéster fundido puede ser añadido al poliéster recientemente polimerizado, al final o en una etapa intermedia de la línea de polimerización.

De modo particular cuando se funde poliéster reciclado, es ventajoso probar el fundido antes de la mezcla con fundido recientemente polimerizado, mediante una medición en línea o sobre la línea, respecto a rasgos de calidad como por ejemplo viscosidad o color, para desviar todo el posible producto que esté por fuera el estándar, por ejemplo a un dispositivo separado de granulación, y de ese modo evitar una contaminación del material nuevo. Al respecto, la medición en línea ocurre directamente en el prepolímero fundido. La medición sobre la línea puede ocurrir en una corriente lateral del producto fundido o en un cuerpo de prueba, cuerda, banda, granulado o similar, producidos a partir de él.

Comúnmente, el fundido de prepolímero de poliéster es sometido a una filtración, para eliminar los contaminantes sólidos, en la que dependiendo de la viscosidad se usan cribas con amplitud de maña entre 5 y 150 µm.

De acuerdo con la invención, se fabrica un fundido de prepolímero de poliéster con una viscosidad intrínseca de entre 0.35 y 0.75dl/g, preferiblemente de más de 0.45dl/g, en particular de más de 0.5dl/g y preferiblemente por

debajo de 0.7dl/g, en particular por debajo de 0.65dl/g.

La viscosidad intrínseca (IV) indica al respecto la viscosidad en solución y es determinada según el siguiente procedimiento:

Para la medición de la viscosidad en solución se usa una mezcla de fenol/diclorobenceno (50 : 50 % en peso) como solución. Se disuelve la muestra de poliéster durante 10 minutos a 130°C con una concentración de 0.5% (0.5g/dl). La medición de la viscosidad relativa (R.V.) es ejecutada a 25°C con un viscosímetro Ubbelohde (según instrucción de DIN Nr. 53728, parte 3 de enero de 1985).

La viscosidad relativa es el cociente de la viscosidad de la solución y la viscosidad del solvente puro, que es comparable con la relación de la correspondiente velocidad de flujo capilar. Con la ecuación de Huggins se calcula el valor de la viscosidad intrínseca a partir de la viscosidad relativa medida:

$$I.V. = \frac{\sqrt{1+4K_H(R.V.-1)}-1}{2*c*K_H}$$

Con el método de medición anterior (concentración de polímero C=0,5.g/dl y la constante de Huggins KH=0.35) la ecuación es:

$$I.V. = \frac{\sqrt{1+1.4(R.V.-1)}-1}{0.35} \qquad \text{(dl/g)}$$

La viscosidad del poliéster puede ser indicada sea como viscosidad intrínseca (IV) o como promedio de peso molecular (promedio aritmético: Mn). Para la conversión de un valor IV medido en fenol : diclorometano = 1: 1 en el promedio de peso molecular, se usa la ecuación

IV = k* Mn^a

en la cual k=2.1 E-4 y a=0.82.

Esta ecuación es aplicable en general a datos publicados, cuando no se da explícitamente otra mezcla de solventes y los factores de conversión pertinentes.

A partir de promedio de peso molecular se calcula la concentración de grupos terminales (EGN) con la ecuación:

EGN = 2E6/Mn,

en la que Mn es usado en g/mol y resulta EGN en mol/t.

Mediante la concentración de grupos carboxilo terminales (cCOOH) y la concentración de grupos terminales se calcula el contenido de grupos terminales individuales, en la que para simplificar, se considera sólo la presencia de grupos terminales hidroxilo y carboxilo, con lo cual EGN = CCOOH + COH.

Contenido de grupos carboxilo terminales $X_{COOH} = C_{COOH} / EGN$

Contenido de grupos hidroxilo terminales $X_{OH} = C_{OH} / EGN = (1 - X_{COOH})$

Al respecto, C_{COOH} define la concentración de grupos carboxilo terminales en mol/t y C_{OH} la concentración de grupos hidroxilo terminales en mol/t.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, se eligen las cantidades de componentes de diol y de los componentes de ácido dicarboxílico así como las condiciones en el proceso de fabricación de prepoliéster, de modo que surge un pre-poliéster con un contenido de grupos carboxilo terminales de entre 0.25 y 0.6, en el que el contenido de grupos carboxilo terminales esta preferiblemente por encima de 0.30, en particular por encima de 0.35, y preferiblemente por debajo de 0.55, en particular por debajo de 0.5.

Las partículas pueden ser moldeadas de diferente forma a partir del fundido de prepolímero de poliéster. Es aplicable un desmenuzamiento de trozos, cuerdas o bandas que fueron moldeadas a partir del fundido de polímero o un moldeado directo de partículas, por ejemplo mediante goteo o atomización.

El enfriamiento y moldeado de fundido de prepolímero de poliéster ocurre comúnmente mediante granulación.

En la granulación, se comprime y corta, o hace gotear fundido de prepolímero de poliéster, por ejemplo mediante una boquilla con una abertura (orificio) o una multiplicidad de aberturas.

Las aberturas de la boquilla son comúnmente redondas, pero pueden presentar también otro perfil, como por ejemplo aberturas en forma de rendija. Debe tenerse cuidado de mantener la cantidad de flujo de producto por orificio de boquilla, en un intervalo estrecho en tiempo y lugar, en lo que debería mantenerse la desviación estándar de las cantidades individuales de flujo de producto, entre 0.1 y 10%. Para lograr esto, dependiendo de la posición de un orificio de boquilla, puede variarse su longitud o diámetro. Simultáneamente, deben cuidarse tanto como sea posible condiciones uniformes de flujo corriente arriba (presión, velocidad, temperatura, viscosidad, etc.) de los orificios individuales de boquilla.

El corte puede ocurrir tanto directamente a la salida de la boquilla o también justo después de pasar una ruta de tratamiento.

Mediante el enfriamiento se solidifica el fundido de prepolímero de poliéster. Esto puede ocurrir con ayuda de un medio líquido de enfriamiento (por ejemplo agua, etilenglicol) o medio gaseoso de enfriamiento (por ejemplo aire, nitrógeno, vapor de agua), o mediante contacto con una superficie fría, en el que son imaginables también combinaciones de medios de enfriamiento.

El enfriamiento puede tener lugar tanto simultáneamente, como también antes o después del moldeado hasta dar partículas.

Son ejemplos de procesos conocidos de granulación el moldeado rotativo, granulación de cuerdas, granulación en anillo de agua, granulación bajo el agua o granulación de cabeza (también granulación de cara caliente), así como goteo o atomización. Tales procedimientos son descritos por ejemplo en los documentos WO 00/23497 Matthaei, WO 01/05566 Glöckner et al., WO05/087838 Christel et al., WO 03/054063 Culbert et al. así como WO96/22179 Stouffer et al., que son incluidos en la presente invención.

Si se usa un medio líquido de enfriamiento, entonces este puede ocurrir separadamente, el cual ocurre algunas veces mediante separador simple, como cribas o parrillas y adicionalmente mediante fuerza centrífuga, por ejemplo en un secador centrífugo, mediante un impacto, por ejemplo en un secador de percusión, y/o mediante una corriente de gas.

El promedio de tamaño de gránulo debería estar entre 0.1 mm y 10mm, de modo más preferido entre 0.5mm y 3mm y en particular entre 0.85 y 2.5mm. Como promedio de tamaño de gránulo es válido el valor estadístico promedio del promedio de diámetro de granulado, el cual surge del promedio de altura, longitud y ancho del granulado.

La distribución de tamaño de gránulo debería mantenerse en un espectro estrecho. Preferiblemente la desviación estándar del peso de granulado de 100 gránulos medidos está entre 2 y 20%. Los gránulos pueden exhibir una forma granular definida, como por ejemplo forma de cilindro, forma de esfera, forma de gota, forma esferoide o una forma según diseño, como como se propone por ejemplo en el documento EP0541674B1.

Pueden usarse granulados sólidos o granulados porosos, que son obtenidas por ejemplo mediante formación de espuma, sinterización y similares.

El enfriamiento puede ocurrir a una temperatura que está por debajo de la temperatura de transición al vidrio del poliéster, lo cual permite la deposición y/o el transporte del granulado por un período prolongado de tiempo.

El promedio de temperatura del pregranulado de poliéster puede ser mantenido también en un nivel superior, para mejorar la eficiencia energética de los siguientes procesos. Para ello, es posible elevar la temperatura del medio de enfriamiento y/o elegir de modo correspondiente un tiempo corto de residencia en el medio de enfriamiento.

Aunque puede ocurrir una cristalización parcial ya durante la fabricación de la partícula de prepolímero de poliéster, comúnmente es necesaria una etapa para la cristalización, para obtener partículas parcialmente cristalinas de prepolímero de poliéster.

La cristalización puede tener lugar de manera independiente o acoplada con la fabricación de partículas. Varios dispositivos para la fabricación de las partículas pueden estar unidos con un dispositivo de cristalización. La cristalización puede tener lugar en una etapa o en varias etapas y con ello en uno o en varios dispositivos consecutivos. La cristalización puede ocurrir de manera continua o en lotes. De modo opcional, la cristalización puede ocurrir en dos o más dispositivos operados de manera paralela.

La cristalización ocurre según procedimientos conocidos en el estado de la técnica, por ejemplo mediante cristalización térmica, mediante cristalización inducida por solventes o mediante cristalización por extensión mecánica. Preferiblemente la cristalización ocurre por vía térmica, mediante la cual surge un policondensado cristalizado parcialmente por vía térmica.

La cristalización debería ocurrir a una temperatura adecuada durante un periodo adecuado de residencia. Mediante

la cristalización debería alcanzarse al menos un grado de cristalización que permita un tratamiento térmico adicional, como por ejemplo un secado o una policondensación en fase sólida, sin que allí se presenten adherencias o formaciones de grumos.

El intervalo adecuado de temperatura es evidente cuando se hace una gráfica entre el tiempo de semivida de cristalización (t½) medido en el DSC, como función de la temperatura. Está limitado por arriba y por abajo por la temperatura, a la cual el tiempo de semivida de cristalización alcanza aproximadamente 10 veces el tiempo de semivida mínima de cristalización t½min. Puesto que semividas de cristalización muy cortas (t½) pueden ser determinadas sólo con dificultad, se usa como valor mínimo t½min = 1 minuto.

El tiempo adecuado de cristalización surge del tiempo, para calentar el producto a la temperatura de cristalización, más al menos el tiempo de semivida de cristalización a la temperatura indicada, en el que se añaden preferiblemente 2 – 20 tiempos de semivida al tiempo de calentamiento, para alcanzar una cristalización suficiente.

Para impedir una adherencia de las partículas de polímero que está cristalizando, deberían mantenerse estas en movimiento mutuamente relativo. Los reactores de cristalización adecuados son reactores vibratorios, reactores giratorios, reactores con agitadores, así como reactores que son cruzados por un gas de proceso, en los que la velocidad de flujo del gas de proceso tiene que ser suficiente para mover las partículas de prepolímero. Se prefieren velocidades de flujo en el intervalo de 1 - 6 m/s, en particular mayores a 1.5 m/s e inferiores a 4 m/s. Al respecto, la velocidad de gas corresponde a la velocidad del tubo vacío, por consiguiente la cantidad de gas por tiempo dividida por la sección transversal del espacio de tratamiento.

Son reactores de cristalización particularmente adecuados los cristalizadores de lecho fluido o de lecho turbulento, puesto que estos no tienen tendencia a formar polvo fino.

Para polietilentereftalato el intervalo adecuado de temperatura está entre 100 y 220°C, y en 5 a 20 minutos se alcanza un grado cristalización de al menos 20%, de modo más preferido de al menos 30%.

La cristalización puede ocurrir desde el estado de vidrio, es decir después de enfriamiento temporal a una temperatura por encima de la temperatura de cristalización, en particular por debajo de la temperatura de transición al vidrio Tg.

Son también procedimientos adecuados aquellos en los cuales la cristalización ocurre al menos parcialmente desde el fundido, en los que ocurre un aumento de la cristalinidad durante la fase de enfriamiento y/o una fase de mantenimiento a temperatura elevada.

Si la temperatura de las partículas de prepolímero de poliéster, a la entrada del proceso de cristalización está por debajo de la temperatura adecuada de cristalización, entonces las partículas de prepolímero de poliéster tienen que ser calentadas. Esto puede ocurrir por ejemplo mediante una pared calentada del reactor de cristalización, mediante insertos calentados en el reactor de cristalización, mediante radiación o insuflando un gas caliente de proceso.

Simultáneamente a la elevación del grado de cristalización, se eliminan todos los restos posibles de líquido del proceso de granulación.

Si en el proceso de cristalización se usa un gas de proceso en circuito, entonces tiene que añadirse a este suficiente gas fresco o gas purificado de proceso, para impedir un excesivo enriquecimiento de líquido u otra sustancia que se difunde. Como gases de proceso pueden usarse por ejemplo aire, vapor de agua o gases inertes como nitrógeno, CO_2 o mezclas de ellos. Los gases de proceso pueden contener aditivos, que actúan de manera reactiva sobre el producto que va a ser tratado o se depositan de manera pasiva sobre el producto que va a ser tratado.

En el circuito de gas de proceso pueden estar integrados otros agregados, como intercambiadores de calor, agregados para separación como filtros o ciclones, agregados para entrega de gas, como abanicos, compresores o ventiladores, sistemas de purificación de gases, como lavadores de gases, sistemas de combustión o sistemas de adsorción, o montajes, como tapas, válvulas o ramificaciones.

Opcionalmente, antes de una cristalización, las partículas de prepolímero de poliéster pueden ser sometidas a un tratamiento para reducir su tendencia a la adherencia, como se describe en el documento PCT/CH2008/000389, que está incluido en la presente invención.

Opcionalmente, las partículas de prepolímero de poliéster pueden ser calentadas antes de la cristalización. Esto puede ocurrir en una etapa de precalentamiento, en la que la alimentación de calor puede provenir de una etapa posterior de enfriamiento, como se describe en el documento EP01789469B1, el cual está incluido en la presente invención. De modo alternativo, puede generarse el calor también directamente para la etapa de precalentamiento o

puede ocurrir mediante recuperación de calor desde una fuente de calor de un proceso ubicado anteriormente a la polimerización en fase fundida. Por ejemplo, en la fabricación de polietilentereftalato, se usa el vapor de la columna de separación de agua y etilenglicol, como fuente de calor para la etapa de precalentamiento.

Son aparatos particularmente adecuados para la cristalización, los aparatos de lecho fluido, como se describen por ejemplo en el documento EP-1 425 146 A2, cuyo contenido es incorporado en este documento como referencia. El calentamiento a temperatura de cristalización y la subsiguiente cristalización puede ocurrir en uno o varios aparatos de cristalización. Al respecto, el tamaño del aparato necesario es indicado con la suma todas las superficies de la placa de criba del aparato, en el que para un tratamiento de 40 a 100 t/h surgen superficies de piso de criba de 10 a 100m^2. En la cristalización de granulados de PET fríos, son necesarias superficies de placa de criba de 20 a 60m^2.

A continuación de la cristalización, es necesaria una etapa para el calentamiento de las partículas parcialmente cristalinas de prepolímero de poliéster hasta una temperatura adecuada de reacción, para obtener partículas calentadas de prepolímero de poliéster.

Se ha mostrado de acuerdo con la invención que para la operación de una instalación con elevado rendimiento es muy ventajoso, conducir las partículas parcialmente cristalinas de prepolímero de poliéster a través de un dispositivo de retiro de polvo, puesto que de otro modo la eficiencia en la ejecución de las etapas siguientes sufre pérdidas.

El calentamiento puede tener lugar de manera independiente o acoplado con la cristalización. Varios dispositivos para la cristalización pueden estar unidos a un dispositivo para el calentamiento. El calentamiento puede tener lugar en una etapa o en varias etapas y con ello en uno o varios dispositivos consecutivos. El calentamiento puede ocurrir de manera continua o en lotes. Opcionalmente, el calentamiento puede ocurrir en dos o más dispositivos operados de manera paralela.

Son dispositivos adecuados para el calentamiento los reactores giratorios, reactores con agitadores, así como reactores por los que fluye un gas de proceso.

La temperatura de reacción adecuada está en un intervalo de temperatura que está limitado por arriba por una velocidad mínima de reacción del poliéster y está limitado por abajo por una temperatura, que está ligeramente por debajo de la temperatura de fusión del poliéster. Comúnmente, la temperatura de reacción está 5 a 80°C por debajo de la temperatura de fusión cristalina del poliéster.

Simultáneamente con el calentamiento tiene lugar un acondicionamiento, mediante el cual se mejora de tal modo la estructura cristalina que se reduce la tendencia a la adhesión de las partículas de prepolímero de poliéster. Al respecto, el acondicionamiento puede ocurrir a la temperatura de reacción adecuada o a una temperatura que está 1 a 30°C por encima de la temperatura adecuada de reacción. Si el acondicionamiento ocurre a una temperatura superior, entonces tiene que reducirse la temperatura de las partículas de prepolímero de poliéster hasta una temperatura adecuada de reacción.

Al respecto, el tiempo para el calentamiento y acondicionamiento depende de la estructura cristalina deseada y puede ser de algunos minutos a algunas horas.

Si el calentamiento ocurre esencialmente por el efecto de un gas de proceso, entonces se usa una "cantidad de gas a cantidad de producto" (mg/mp) de 1.5 a 15, en particular 2.5 a 10, mediante lo cual esencialmente se aproxima la temperatura del producto a la temperatura del gas. Al respecto, "mp" es la suma de todas las corrientes de producto conducidas al proceso, y "mg" es la suma de todas las corrientes de gas conducidas al proceso. Como gases de proceso pueden usarse por ejemplo gases inertes, como nitrógeno, CO_2 o mezclas de gases inertes. El gas de proceso puede contener aditivos, que actúan de manera reactiva sobre el producto que va a ser tratado o se depositan de manera pasiva sobre el producto que va a ser tratado.

Si para el calentamiento se usa un gas de proceso en circuito, entonces tiene que añadirse a este suficiente gas fresco o gas purificado de proceso, para impedir un excesivo enriquecimiento de sustancias que se difunden.

En el circuito de gas de proceso pueden estar integrados otros agregados, como intercambiadores de calor, agregados para separación como filtros o ciclones, agregados para entrega de gas, como abanicos, compresores o ventiladores, sistemas de purificación de gases, como lavadores de gases, sistemas de combustión o sistemas de adsorción, o montajes, como tapas, válvulas o ramificaciones.

Para polietilentereftalato es típico un tiempo para el calentamiento y acondicionamiento de 10 minutos a 2 horas y una temperatura de acondicionamiento de 200°C a 245°C. El contenido de oxígeno del gas inerte debería estar por debajo de 500ppm, en particular por debajo de 100ppm. Una variante prevé que el calentamiento ocurra en un intervalo de tiempo inferior a 10 minutos. Esto se describe en el documento WO02/068498, que está incluido en la presente invención.

Para polietilentereftalato es típico un tiempo para el calentamiento y acondicionamiento de 10 minutos a 2 horas y una temperatura de acondicionamiento de 200°C a 245°C. El contenido de oxígeno del gas inerte debería estar por debajo de 500ppm, en particular por debajo de 100ppm. Una variante prevé que el calentamiento ocurra en un intervalo de tiempo inferior a 10 minutos. Esto se describe en el documento WO02/068498, que está incluido en la presente invención. Son aparatos particularmente adecuados para el calentamiento previo los aparatos con techo (como se describen por ejemplo en el documento DE 4300913 A1), aparatos de flujo cruzado (como se describen por ejemplo en el documento EP-1 019 663 A1), así como aparatos de flujo contrario (como se describen por ejemplo en el documento CN-101579610 A (que corresponde al documento suizo pendiente CH 0735/08)). Los contenidos relacionados de los mencionados documentos son incluidos como referencia en este documento. El calentamiento previo puede ocurrir en uno o varios aparatos. Al respecto, el tamaño de los aparatos necesarios se indica con la suma de volumen de todos los aparatos, en la que para un tratamiento de 40 a 100 t/h surgen volúmenes de aparatos de 50 a 300 m^3 y resultan alturas de aparatos en el intervalo de 10 a 50 m.

A continuación del calentamiento es necesaria una etapa para la reacción de las partículas calentadas de prepolímero de poliéster, para obtener partículas de poliéster con una viscosidad intrínseca entre 0.70 y 0.95dl/g, en particular por encima de 0.75dl/g. Al respecto, el aumento de la viscosidad intrínseca es al menos 0.05, en particular al menos 0.1dl/g.

La reacción de las partículas calentadas de prepolímero de poliéster ocurre en un reactor adecuado, esencialmente vertical. De acuerdo con la invención, el suministro de las partículas calentadas de prepolímero de poliéster ocurre en la parte superior del reactor, mediante lo cual las partículas de poliéster atraviesan el reactor por medio de la fuerza de gravedad, desde arriba hacia abajo. Al respecto, las partículas de poliéster atraviesan el reactor como lecho sólido, que es denominado también como lecho sólido móvil. Al respecto, se pretende un espectro de tiempos de residencia de las partículas individuales, tan estrecho como sea posible. Debería evitarse una turbulencia o de otro modo mezcla activa de las partículas.

Para el calentamiento, a un reactor pueden estar unidos varios dispositivos. Comúnmente, la reacción ocurre en un reactor. Opcionalmente la reacción puede ocurrir en un intervalo de temperatura de 5 a 80°C por debajo del punto de fusión cristalino de la partícula de poliéster, en el que se prefieren temperaturas con menos de 60°C y/o con más de 20°C por debajo del punto de fusión cristalino de la partícula de policondensado. Mediante la reacción y mediante una cristalización consecutiva, durante la reacción la temperatura de la partícula de poliéster puede aumentar entre 1 y 20°C, en la que también la temperatura máxima que surge por ello debería estar en el intervalo de la temperatura adecuada de reacción.

El tiempo adecuado de reacción está entre 6 y 30 horas, en el que por razones económicas se prefieren tiempos de residencia inferiores a 24 horas, en particular inferiores a 20 horas, así como mayores a 8 horas.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, las partículas de poliéster en el reactor fluyen a través de gas de proceso. Como gas de proceso pueden usarse gases inertes, como nitrógeno, CO_2 o mezclas de gases inertes. El gas de proceso puede contener aditivos, que pueden actuar de manera reactiva sobre el producto que va a ser tratado o pueden depositarse de manera pasiva sobre el producto que va a ser tratado. El gas de proceso es conducido esencialmente en circuito. Para evitar una interferencia a la reacción de policondensación, el gas de proceso tiene que ser purificado de productos indeseables, en particular productos de escisión de las reacciones de policondensación. Al respecto, productos típicos de escisión como agua, dioles (por ejemplo etilenglicol, propanodiol, butanodiol) o aldehídos (por ejemplo acetaldehído) deberían reducirse a un valor por debajo de 1000ppm. Al respecto, los productos de escisión de reacciones reversibles de policondensación deberían reducirse a valores por debajo de 100ppm. Los datos de ppm están dados como partes en peso. La purificación puede ocurrir mediante sistemas de limpieza de gases conocidos en el estado de la técnica, como por ejemplo sistemas de combustión catalítica, lavadores de gases, sistemas de adsorción o trampas de enfriamiento. Los sistemas de combustión catalítica son conocidos por ejemplo a partir de los documentos WO00/07698, EP0660746B2 y DE102004006861A1, que están incluidos en la presente invención. Pueden usarse varios sistemas de purificación. Pueden preverse sistemas de purificación adicionales. Por ejemplo, puede ocurrir una separación de sólidos mediante filtros o ciclones. Para la purificación, pueden tratarse diferentes corrientes de gas inerte en un sistema de purificación de gases combinado o individual. Comúnmente, al circuito se agrega adicionalmente una cantidad de gas fresco de proceso.

En el circuito de gas de proceso pueden estar integrados otros agregados, como intercambiadores de calor, agregados para entrega de gas, como abanicos, compresores o ventiladores o montajes, como tapas, válvulas o ramificaciones.

Para polietilentereftalato la temperatura adecuada de condensación posterior está en un intervalo de temperatura de 190°C a 240°C, en el que se prefieren temperaturas inferiores a 225°C.

Como productos de escisión de las reacciones reversibles de policondensación surgen al respecto en particular

agua y etilenglicol.

Si la reacción ocurre esencialmente por el efecto de un gas de proceso, entonces se usa una "cantidad de gas a cantidad de producto" (mg/mp) de 0.2 a 2, en particular 0.6 a 1.4, mediante lo cual esencialmente se aproxima la temperatura del gas a la temperatura del producto. Al respecto, "mp" es la suma de todas las corrientes de producto conducidas al proceso, y "mg" es la suma de todas las corrientes de gas conducidas al proceso. A un reactor pueden suministrarse una o varias corrientes de gas, que en particular se diferencian por su temperatura. La temperatura de un gas de proceso suministrado puede estar por encima, en o por debajo del intervalo de temperatura de la temperatura adecuada de reacción. Si no debiera cambiar la temperatura de la partícula de poliéster en el acceso de gas, entonces tiene que calentarse el gas de proceso a la temperatura de la partícula de poliéster. Si debiera reducirse la temperatura de la partícula de poliéster en el acceso del gas, entonces puede suministrarse el gas de proceso con temperatura más baja.

Comúnmente, el gas de proceso es suministrado en el extremo inferior del reactor y es retirado en el extremo superior del reactor, con lo cual se tiene una corriente de gas de proceso en sentido contrario al flujo de las partículas de poliéster. De modo inverso, es imaginable también una corriente en el mismo sentido desde el extremo superior del reactor hasta el extremo inferior del reactor. Debido a la resistencia de flujo en el reactor lleno con partículas de poliéster, surge una diferencia de presión entre el acceso de gas y el escape de gas, en el que esta diferencia de presión depende de la altura del reactor, del tamaño y forma de las partículas de poliéster así como de la velocidad del gas y con ello de la cantidad de gas y del diámetro de reactor.

De acuerdo con una forma preferida de realización de la presente invención, la diferencia de presión entre el acceso de gas al reactor y la salida del gas del reactor está entre 450 y 1000mbar. Se prefieren diferencias de presión superiores a 500mbar e inferiores a 900mbar. Al respecto, en la salida del reactor está presente una sobrepresión de 20 a 300mbar, en la que mediante una presión de salida más alta, preferiblemente mayor a 50mbar, en particular mayor a 100mbar, se reduce la velocidad del gas en el reactor y con ello la caída de presión en el reactor.

Son reactores adecuados los reactores de cámara, que son denominados también como reactores de lecho sólido o reactores móviles. Comúnmente, un reactor de cámara exhibe una forma cilíndrica con, por ejemplo, sección transversal redonda o rectangular. Al respecto, el reactor es cerrado desde arriba con una tapa y desde abajo con un cono de descarga. Un reactor con un diámetro (D) y una longitud (L) exhibe comúnmente una relación L/D de entre 5 y 11. Al respecto, para L es válida la longitud cilíndrica del reactor sin el cono de descarga y para D el promedio de diámetro sobre la longitud del cilindro, en el que para secciones transversales redondas se usa directamente el diámetro, para secciones transversales cuadradas se usa la longitud de borde y para secciones transversales irregulares se usa la raíz del área de sección transversal.

Al respecto, el tamaño de los reactores necesarios es indicado con la suma de todos los volúmenes de reactores, en los que para un tratamiento de 40 a 100 t/h resulta un volumen de reactores de 400 a 3000 m^3, en particular mayor a 500 m^3 y alturas de aparatos incluyendo el cono de descarga en el intervalo de 30 a 60 m, en particular mayor a 40 m.

El reactor puede exhibir insertos, que sirven por ejemplo para la moderación del ajuste de la relación de flujo, como ingreso de gas o para la reducción de la presión de producto. Tales reactores son descritos por ejemplo en los documentos EP1337321 B1, US6010667 y DE102007031653A1, que son incluidos en la presente invención.

Para prevenir las pérdidas de calor, el reactor puede estar aislado desde afuera y/o provisto de elementos de calentamiento. Al respecto, todas las conducciones de suministro posibles para las partículas de poliéster pueden estar integradas en el reactor o al menos en el aislamiento al reactor, mediante lo cual se reducen las pérdidas de calor de la conducción de suministro.

Para prevenir las pérdidas de calor, el reactor puede estar aislado desde afuera y/o provisto de elementos de calentamiento. Al respecto, todas las conducciones de suministro posibles para las partículas de poliéster pueden estar integradas en el reactor o al menos en el aislamiento al reactor, mediante lo cual se reducen las pérdidas de calor de la conducción de suministro.

De acuerdo con la invención, se suministran las partículas de prepolímero de poliéster a la etapa para la reacción, con una corriente másica de entre 40 y 100 toneladas por hora, en la que en particular las partículas de prepolímero de poliéster son suministradas a un reactor, con una corriente másica de entre 40 y 100 toneladas por hora.

De acuerdo con la invención, la velocidad de descenso de las partículas de poliéster en el reactor es mayor a 2.6 a 6 metros por hora. Preferiblemente, la velocidad de descenso es mayor a 3 metros por hora. Al respecto, se calcula la velocidad de descenso a partir de la corriente másica de las partículas dividida por la densidad aparente de las partículas y dividido por el promedio de superficie de corte transversal del reactor.

El flujo de producto de las partículas de prepolímero de poliéster en y desde el reactor es regulado mediante

dispositivos de bloqueo, como válvulas rotativas, deslizadores y / o dispositivos de entrega.

Mediante la elevada velocidad de descenso de las partículas de poliéster en el reactor surge un movimiento relativo fortalecido de las partículas individuales. Mediante ello se reduce la tendencia a la adhesión de los granulados de poliéster, lo cual hace posible un tratamiento a temperaturas más elevadas, mediante lo cual a su vez se reduce el tiempo de residencia necesario y con ello el tamaño necesario del reactor. Al respecto, la menor tendencia a la adherencia se explica por los menores tiempos de contacto de, en cada caso, dos superficie límite de dos partículas, lo cual reduce el intercambio dependiente de la temperatura, que excede las superficies límite de extremos de cadena que se mueven libremente. Debido a la velocidad de reacción así mismo dependiente de la temperatura, surge el menor tiempo de residencia para una determinada elevación de la viscosidad intrínseca. De este modo, para una dada tendencia limitante a la adhesión de un producto, mediante aumento de la velocidad de descenso puede reducirse el tamaño del reactor.

En virtud de la fracción resultante es evidente si la reacción transcurre predominantemente mediante una reacción de esterificación E/(E+T)) > 0.5 o predominantemente por una reacción de transesterificación E/(E+T)) < 0.5. De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, la reacción debería transcurrir en más de 50%, en particular en más de 65% y preferiblemente en más de 70%, mediante una reacción de esterificación. Para ello se incluyen todas las reacciones posibles en las etapas precedentes a la cristalización y al calentamiento.

Mediante la preferencia por la reacción de esterificación se reduce la tendencia a la adherencia de un producto, lo cual a su vez hace posible el uso de mayores temperaturas de reacción y con ello reactores más pequeños.

Comúnmente, se suministran las partículas de prepolímero de poliéster después del calentamiento mediante una alimentación a la parte superior del reactor.

De acuerdo con una realización de la presente invención, las partículas de prepolímero de poliéster son llevadas de un nivel (H0) inicial a un nivel (HR) de acceso en el reactor, en el que el nivel (HR) de acceso está entre 40 y 80m, preferiblemente más de 45m, en particular más de 50m, por encima del nivel (H0) inicial. De ello surge como ventaja, que pueden construirse dispositivos para el calentamiento en un menor nivel del edificio y no tienen que estar dispuestos por encima del reactor. De modo opcional puede disponerse sobre el reactor un recipiente de amortiguación y/o un dispositivo para el retiro de polvo de partículas de prepolímero de poliéster, con lo cual entonces el nivel de acceso en el recipiente de amortiguación y/o el dispositivo de retiro de polvo, determina el nivel (HR) de acceso. Si el retiro del polvo fino ocurre por acción de un gas de proceso, entonces mediante ello puede alcanzarse una elevación o descenso de la temperatura de producto, en lo cual ocurre en particular correcciones en el intervalo +/- 20°C.

Como dispositivo de entrega son adecuados dispositivos mecánicos de entrega, como dispositivo de entrega de huso, de cadenas o de vaso así como dispositivos neumáticos de entrega.

Para bajas velocidades de entrega son particularmente adecuados los dispositivos neumáticos de entrega, que son operados con un gas inerte. Un dispositivo neumático de entrega para bajas velocidades de entrega comprende al respecto al menos un cuerpo de recipiente, al cual se suministra tanto producto como también gas de entrega, un dispositivo para la generación de presión para el gas de entrega, un dispositivo de dosificación para el producto, una conducción de entrega para la extracción de la mezcla producto-gas desde el cuerpo de recipiente así como válvulas para la regulación del suministro de gas de entrega. Al respecto, el cuerpo de recipiente puede consistir en uno o varios recipientes o solamente en un embudo de introducción en la conducción de entrega. El dispositivo para la generación de presión del gas de entrega puede al respecto comprender un condensador, como un compresor o ventilador, así como todos los posibles tanques de amortiguación. Adicionalmente a la generación de presión del gas de entrega, puede ocurrir también un calentamiento adicional del gas de entrega. Un dispositivo de dosificación puede comprender válvulas rotativas, deslizadores o husos de dosificación. Para una operación continua se prefieren en particular válvulas rotativas, en las que para entregas sobre grandes distancias y con ello con grandes pérdidas de presión, es ventajoso el uso de dos deslizadores dispuestos de manera consecutiva, puesto que mediante ello se reduce la caída de presión sobre las válvulas de entrega y con ello se disminuye la cantidad de fugas de gas.

La conducción de entrega puede consistir en varias partes y codos de tubería horizontales, verticales u oblicuos. Al respecto, los codos de tubería deberían exhibir radios, que corresponden a más de 3 veces, en particular más de 4 veces, comúnmente en menos de 10 veces, del diámetro de la conducción de tubería. El diámetro de la conducción de entrega puede cambiar en el curso de la ruta de entrega, para compensar por ejemplo la expansión del gas de entrega con bajas de presión. Al respecto, piezas individuales con diferente diámetro están asociadas con piezas de transición. Mediante las válvulas puede dirigirse el suministro de gas de entrega de manera alternante delante y detrás del cuerpo de recipiente, para formar mediante ello bloques de producto, que son empujados entonces por la conducción de entrega.

Según una forma preferida de realización de la presente invención, la entrega de las partículas calentadas de prepolímero de poliéster ocurre mediante dos o más conducciones de entrega. Mediante ello puede limitarse por un lado la rata específica de rendimiento por una conducción de entrega. Por otro lado puede preverse una conducción de entrega paralela como conducción de respaldo, para prevenir todas las posibles fallas de producción, desencadenadas por el estancamiento en una conducción de entrega. Cada conducción de entrega puede estar asociada con dispositivos para la generación de presión y la dosificación así como válvulas. Sin embargo, existe también la posibilidad de unir un dispositivo para la generación de presión y/o para el calentamiento del gas de entrega, con dos o más conducciones de entrega.

La temperatura del gas de entrega es elegida de modo que en la entrega la temperatura de la partícula de prepolímero de poliéster, no cambia esencialmente, en particular cambia menos de +/-10°C, en lo que en particular debería evitarse una elevación de temperatura. Comúnmente se usan temperaturas de gas de entrega en un intervalo entre 60°C y 250°C, preferiblemente por encima de 100°C y por debajo de 230°C, en particular por encima de 150°C.

De acuerdo con una forma preferida de realización de la presente invención, la entrega de las partículas calentadas de prepolímero de poliéster ocurre a una temperatura (TF) de entrega, en la que TF está entre 5 y 80°C, en particular más de 20°C y menos de 60°C, por debajo del punto de fusión cristalino del poliéster. En la fabricación de polietilentereftalato la temperatura (TF) de entrega esta preferiblemente entre 190°C y 230°, en particular por encima de 200°C y por debajo de 225°C. Al respecto, como temperatura de entrega se denomina la temperatura de la partícula de prepolímero de poliéster al final de la ruta de entrega.

De acuerdo con una forma preferida de realización de la presente invención, la entrega de las partículas calentadas de prepolímero de poliéster ocurre a través de una conducción de entrega con un diámetro interior (DF), en el que DF está entre 250mm y 500mm, en particular por encima de 290mm y por debajo de 450mm. La conducción de entrega exhibe al respecto comúnmente una sección transversal redonda. En una sección transversal redonda DF corresponde al diámetro libre de sección transversal, para otra sección transversal corresponde a la raíz del área de sección transversal libre.

De acuerdo con otra forma preferida de realización de la presente invención, la entrega de las partículas calentadas de prepolímero de poliéster ocurre a una velocidad de entrega (vF), en la que vF está entre 5 y 12 m/s. Al respecto, como velocidad de entrega se define la velocidad de tubo vacío del gas de entrega, para las condiciones dadas de operación en la pieza al final de la ruta de entrega, en la que la velocidad de tubo vacío corresponde a la cantidad de gas por tiempo dividida por la sección transversal de la conducción de entrega. Mediante la baja velocidad de entrega en conducciones de tubo con diámetro relativamente grande, se impide una formación excesiva de polvo fino por abrasión.

De manera preferida la masa de gas de entrega está al respecto entre 3% y 15%, en particular en menos de 10%, referida a la masa de producto entregada.

La conducción de entrega puede terminar directamente en el reactor o en un separador dispuesto sobre él. El acceso en el reactor puede ocurrir desde arriba mediante la tapa o a través de la zona superior del revestimiento del reactor. Cuando se usan dos o más conducciones de entrega, entonces el acceso en el reactor puede ocurrir mediante una conducción común o mediante conducciones separadas, en las que se prefieren accesos separados, que tienen diferentes direcciones o están distantes uno de otro, puesto que mediante ello se distribuyen las partículas en el reactor, lo cual conduce a un mejor aprovechamiento del volumen de reactor.

El gas de entrega es separado de las partículas de prepolímero de poliéster en el reactor o en el separador, y retornado directamente a la entrega o mezclado con otra corriente de gas inerte. Comúnmente el gas de entrega es purificado, al menos de polvo fino de policondensado, antes de un uso posterior.

Adicionalmente a la entrega entre el calentamiento y la reacción pueden usarse otras entregas. En particular pueden usarse entregas entre la fabricación de partículas y la cristalización, entre varias etapas de la cristalización, entre la cristalización y el calentamiento, entre la reacción y el enfriamiento, después del enfriamiento así como entre una etapa de proceso y un posible silo de almacenamiento.

En particular se prevé de manera preferida de acuerdo con la invención, una entrega entre la cristalización y el calentamiento previo (calentamiento). En una instalación convencional para la realización de una policondensación en fase sólida (SSP), el cristalizador está dispuesto por encima del calentamiento previo. Para una instalación grande, como es objetivo de la presente invención, estaba dispuesta para ello una etapa de proceso muy grande en una zona superior de la instalación (es decir muy lejos arriba en el edificio de la instalación). Esto es muy costoso. Por ello, de acuerdo con la invención se prefiere disponer el cristalizador junto al calentador previo (es decir en una zona inferior del edificio). Esto condiciona una entrega de la partícula parcialmente cristalizada de prepolímero de la salida en el extremo inferior del cristalizador, en la entrada del extremo superior del calentador previo. Respecto a

los detalles de esta entrega (altura de entrega, conducciones de entrega, etc.) puede remitirse a las formas precedentes de realización para la entrega en el reactor. Preferiblemente en la entrega entre cristalizador y calentador previo, pueden tomarse las mismas medidas.

Sin embargo, se ha mostrado de manera inesperada, que una disposición adyacente del cristalizador y calentador previo en la zona inferior de la instalación y la entrega asociada con ello, contrario a las instalaciones SSP convencionales, conduce a una carga indeseada de polvo fino en el calentador previo. La carga de polvo fino conduce a la formación en el calentador previo de partículas que funden difícilmente y con ello a una limpieza muy costosa del calentador previo, después de un cierto tiempo de uso de la instalación.

De manera sorprendente se encontró que este problema puede ser superado de manera fácil y económica, cuando en el extremo del trayecto de entrega entre cristalizador y calentador previo, preferiblemente por encima de la entrada en el calentador previo, se coloca un dispositivo de retiro de polvo.

Se denominan como polvo fino las partículas con un tamaño que está claramente por debajo del promedio de diámetro de gránulo. Si el promedio de diámetro de gránulo está por encima de 1 mm, entonces como polvo fino son válidas las partículas que pasan a través de una criba con amplitud de malla de 500 µm.

El polvo fino puede ser separado mediante energía mecánica, por ejemplo en cribas de impacto, separadores de agitación o separadores de zigzag o mediante un flujo de gas, por ejemplo en aparatos de lecho fluido o separadores de aire. Para el retiro de partículas de polvo fino, que se adhieren a los gránulos mediante fuerzas electrostáticas, pueden usarse corrientes de gas desionizado. Los dispositivos preferidos para el retiro de polvo son aparatos del lecho fluido o lecho turbulento con un área de criba atravesada por gas de 0.5 a 10 m^2, en particular mayor a 1 m^2 e inferior a 8 m^2, en la que se usa una relación de cantidad de gas a cantidad de producto de 1:15 a 1:1. El promedio de tiempo de residencia del granulado en un dispositivo de retiro de polvo está en el intervalo de unos pocos segundos a 5 minutos, en el cual son imaginables en casos excepcionales también tiempos de residencia más prolongados. El retiro de polvo ocurre a una temperatura que corresponde esencialmente al intervalo adecuado de temperatura para la cristalización.

Por ello, de acuerdo con la invención preferiblemente el presente procedimiento comprende la etapa de tratamiento de un poliéster (parcialmente cristalino) en un aparato de lecho fluido a una temperatura en el intervalo de 100 a 250°C, en particular 130 a 200°C, con una rata específica de rendimiento de 10 a 100 t/h por m^2 de área de criba, en particular mayor a 15 t/h por m^2 de área de criba. De modo sorprendente, mediante esta etapa se alcanza un eficiente retiro de polvo de la partícula parcialmente cristalina de prepolímero y con ello una operación notablemente eficiente de la instalación total.

Los aparatos de lecho fluido son conocidos en el estado de la técnica y son descritos por ejemplo en el documento EP-1 425 146 A2 ya mencionado. Los aparatos exhiben al menos una abertura de alimentación para las partículas a las que se van a retirar los polvos finos y al menos una abertura de salida para las partículas a las que se han retirado los polvos finos. Otros exhiben al menos una abertura de entrada para el gas de proceso usado para el retiro de polvo y al menos una abertura de salida para el gas de proceso cargado con polvos finos. Una placa de criba, que puede ser atravesada por el gas de proceso, pero que no puede ser atravesada por las partículas, está dispuesta entre la al menos una abertura para entrada de partículas y la al menos una abertura para la entrada de gas, de tal modo que las partículas son atravesadas y fluidizadas, en particular sometidas a un remolino por el gas de proceso. Las velocidades de gas adecuadas para el retiro de polvo están en el intervalo de 2 a 5 m/s de velocidad de tubo vacío, en las que para corrientes pulsantes de gas es decisiva la máxima velocidad de gas.

A continuación de la reacción puede ocurrir una etapa para el enfriamiento de la partícula de polímero de poliéster.

Al respecto, las partículas de polímero de poliéster pueden ser enfriadas a una temperatura adecuada para el almacenamiento y el transporte o a una temperatura para el procesamiento directo adicional. Al respecto, el enfriamiento ocurre mediante procedimientos conocidos en el estado de la técnica, por ejemplo en intercambiadores de calor de placas, en enfriadores de lecho fluido, en instalaciones de entrega con un exceso de medio de enfriamiento, mediante incorporación directa en un líquido frío, mediante contacto con una superficie fría o mediante combinación de diferentes métodos de enfriamiento. Una parte del enfriamiento puede ocurrir ya en el reactor mediante adición de una corriente de gas frío. Los dispositivos preferidos de enfriamiento son enfriadores de lecho fluido o reactores fríos, mediante los cuales se conduce una corriente de gas en sentido contrario.

Las partículas de polímero de poliéster pueden ser procesadas hasta dar diferentes productos como por ejemplo fibras, bandas, láminas o partes moldeadas por inyección. El polietilentereftalato es procesado en particular hasta dar cuerpos huecos, como por ejemplo frascos.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de partículas de poliéster, para elevado rendimiento en una línea. Puesto que tanto en un dispositivo individual, como también en varios dispositivos

operados de manera paralela se ejecutan etapas individuales de proceso o etapas parciales de proceso, la rata específica de rendimiento de una línea es determinada por el rendimiento del dispositivo con la máxima rata específica de rendimiento. De acuerdo con una forma preferida de realización de la presente invención, al menos una etapa de la cristalización, del calentamiento o de la reacción ocurre en un dispositivo individual con un flujo másico de entre 40 y 100 toneladas por hora.

En las reivindicaciones de abajo se definen otras formas ventajosas de realización.

En la figura 1 se representa una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención. En un reactor a) de polimerización en fundido se fabrica un fundido 1 de prepolímero de policondensado consistente en polietilentereftalato con un valor IV de 0.60 dl/g y una fracción de comonómero de aproximadamente 6% (% molar referido a los respectivos componentes de monómero) con un desempeño de producción de 62.6 t/h. La temperatura de fusión es de aproximadamente 285°C. El producto fundido es dividido en una multiplicidad de conducciones de producto fundido y alimenta una multiplicidad de granuladores, en el que sólo se muestran los granuladores a) - 1 a a) - 3. Otros granuladores están asociados con el punto (A). Los granuladores son granuladores de cuerda bajo agua comunes en el mercado, como son distribuidos por ejemplo por la compañía Automatik Plastics Machinery bajo la denominación USG. Los granuladores consisten en una boquilla con una placa de boquillas para la generación de una multiplicidad de cuerdas de producto fundido, una zona de absorción inundada con agua para la cuerda de producto fundido, la cual está separada de la boquilla entre 1 mm y 300mm, un deslizador inclinado atomizado con agua, sobre el cual están sujetas y se enfrían las cuerdas de producto fundido, un dispositivo de corte que incluye rodillos de ingreso y rodillos de corte, en los cuales se cortan las cuerdas hasta gránulos individuales, un acondicionamiento de agua en el cual el agua fría es acondicionada a 30 a 50°C y filtrada, un dispositivo de secado, en el cual se separan los gránulos del agua de proceso, y una criba de clasificación, en la cual se eliminan los de tamaño grande y/o partes finas. Los gránulos fabricados tienen una forma cilíndrica, una longitud de aproximadamente 3mm, tienen un diámetro de aproximadamente 2.4mm y tienen un peso de aproximadamente 18mg. La temperatura del gránulo es de aproximadamente 50°C. De modo opcional, a continuación de cada granulador se disponen un recipiente (P) de amortiguación, o un recipiente (P) de amortiguación para varios granuladores. Mediante una o varias entregas neumáticas, se entregan los gránulos a uno o varios silos 2 de almacenamiento, en los que la corriente de producto es suministrada del punto (A) al punto (B) o (C). Desde los silos 2 de almacenamiento ocurre nuevamente mediante una o varias entregas neumáticas, un transporte de las partículas de prepolímero a un recipiente (P) opcional de amortiguación y a continuación a un cristalizador b). Dependiendo de la temperatura de salida y opcional tratamiento previo, la temperatura de entrada en el cristalizador puede estar entre -20 y 90°C. El acceso de la partícula al cristalizador ocurre de manera dosificada mediante una válvula rotativa. El tratamiento en el cristalizador ocurre bajo aire. En el cristalizador se calientan las partículas en varias cámaras, mediante un gas caliente que da fluidez, en 5 a 20 minutos hasta una temperatura de aproximadamente 165°C y al respecto se cristalizan a un grado de cristalización de aproximadamente 35%. Mediante una o varias otras entregas adicionales, las partículas cristalizadas alcanzan un calentador c) previo, que es operado bajo nitrógeno. Así mismo, opcionalmente, antes del calentador previo puede disponerse por lo menos un dispositivo de retiro de polvo. Si el dispositivo de retiro de polvo es operado con un gas caliente que da fluidez, simultáneamente ocurre un aumento de la temperatura entre 1 y 20°C. Entre el cristalizador y el calentador previo está dispuesta al menos una válvula rotativa, para impedir una transmisión excesiva de nitrógeno. En el calentador previo se calientan las partículas con una corriente de gas de proceso caliente, en aproximadamente 30 a 120 minutos hasta una temperatura de aproximadamente 216°C, en el que antes de la salida ocurre una reducción de temperatura de 1 - 10°C. Al respecto, el grado de cristalización de la partícula aumenta a aproximadamente 44%. El valor IV aumenta a aproximadamente 0.63 dl/g.

Después de la salida del calentador previo, las partículas calientes son divididas en dos corrientes de producto de en cada caso 31.3 t/h. Ocurren dos entregas calientes neumáticas en paralelo bajo nitrógeno, en las que se usan en cada caso 2.2 t/h de gas de entrega con una temperatura de 200°C. Al respecto, la entrega supera desde el punto más bajo hasta el punto más alto, aproximadamente 55m de diferencia de altura. En el transcurso del trayecto de entrega, el diámetro interno de conducción de tubo aumenta desde 180mm hasta 280mm, en el que el diámetro interno representativo de conducción de tubo al final del trayecto de entrega, es de 280mm. Mediante ello se mantiene constante la velocidad de entrega en el intervalo entre 7 y 11 m/s, en el que la velocidad representativa de entrega al final del trayecto de entrega es de 11 m/s. La temperatura promedio de entrega es de 212°C. Las entregas desembocan directamente en el reactor d), en el que mediante una separación entre las conducciones de entrega a la entrada del reactor, se generan dos ángulos de reposo, lo cual conduce a un mejor aprovechamiento del volumen del reactor.

Con ello, al reactor se suministran 62.6 t/h de partículas de prepolímero. El reactor tiene un volumen de 687m^3 y una altura de cilindro de 35m. El tiempo de residencia en el reactor es de aproximadamente 9 horas. Al reactor se suministra desde abajo nitrógeno líquido con aproximadamente 170°C. La relación de cantidad de gas a cantidad de producto es de 1 a 3.2. La caída de presión en el reactor es de aproximadamente 700mbar. La velocidad de descenso de las partículas en el reactor es de 3.9 m/h. Mediante el tratamiento en el reactor, la viscosidad

intrínseca aumenta a un valor de 0.86 dl/g. Las partículas de polímero en el punto (D) pueden ser usadas directamente en el estado seco y caliente, para un nuevo proceso, por ejemplo para preformas para frascos de PET. Bajo el reactor está dispuesto un enfriador 3, en el cual las partículas de polímero son enfriadas con aire en corriente contraria. Después del enfriamiento se entregan las partículas de polímero, provenientes del punto (E), a silos 2 de almacenamiento o recipientes para transporte.

El nitrógeno del reactor es usado primero como gas de intercambio en el calentador previo y a continuación es purificado en varias etapas por medio de un lavador de gases operado con etilenglicol, de componentes volátiles como etilenglicol, agua y acetaldehído y al respecto enfriado por debajo de 10°C. El contenido de agua remanente es de aproximadamente 15ppm, el contenido de etilenglicol es de aproximadamente 25ppm y el contenido de acetaldehído es de aproximadamente 75ppm. El oxígeno que se infiltró en la instalación con el polímero o mediante las válvulas rotativas, es eliminado de una corriente parcial que nitrógeno mediante combustión catalítica a 200 a 350°C. Para ello, como gas de combustión sirve el acetaldehído remanente en la corriente de gas, cuyo contenido se reduce adicionalmente mediante ello. El nitrógeno purificado es usado nuevamente como gas fresco para el reactor, como gas de enfriamiento al final del calentador previo y como gas de entrega del calentador previo al reactor.

El aire caliente de escape del enfriador es purificado mediante un ciclón de todos los restos posibles de polvo fino y a continuación es conducido como gas de intercambio al circuito de gas de cristalización, mediante lo cual se ahorra la cantidad de energía para calentar el gas de intercambio.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de un poliéster termoplástico con las siguientes etapas:

a) fabricación de partículas de prepolímero de poliéster con una viscosidad intrínseca entre 0.35 y 0.75 dl/g,

b) cristalización de la partícula de prepolímero de poliéster para la fabricación de partículas parcialmente cristalinas de prepolímero de poliéster,

c) calentamiento previo de la partícula parcialmente cristalina de prepolímero de poliéster a una temperatura adecuada de reacción, para la fabricación de partículas calentadas de prepolímero de poliéster,

d) reacción de la partícula calentada de prepolímero de poliéster para la fabricación de partículas de polímero de poliéster con una viscosidad intrínseca entre 0.70 y 0.95 dl/g, en la que el aumento de la viscosidad intrínseca es de al menos 0.05, en particular al menos 0.1dl/g,

en la que la reacción en la etapa d) tiene lugar en al menos un reactor, el cual atraviesa la partícula por medio de la fuerza de la gravedad,

en el que el tiempo de residencia en el reactor está entre 6 y 30 horas, en el que la viscosidad intrínseca (I.V.) es determinada por medio de la medición de la viscosidad relativa (R.V.) de una muestra de poliéster con una concentración de 0.5% (0.5g/dl) en una mezcla de fenol/diclorobenceno (50 : 50 % en peso) a 25°C con un viscosímetro Ubbelohde (según instrucción DIN Nr. 53728, parte 3 de enero de 1985), mediante la ecuación $I.V. = \frac{\sqrt{1+1.4(R.V.-1)}-1}{0.35}$ (dl/g),

caracterizado porque

la partícula (1) es alimentada al menos a la etapa d) con una corriente másica de entre 40 y 100 toneladas por hora y

una velocidad de sedimentación de la partícula en el reactor es mayor a 2.6 a 6 metros por hora.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción en la etapa d) ocurre en una corriente de gas inerte, en la que los productos de reacción de las reacciones que aumentan el peso molecular de las partículas son transferidos al gas y una diferencia de presión entre el ingreso de gas al reactor y la salida de gas del reactor, está entre 450 y 1000mbar.

3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la partícula de prepolímero de poliéster, entre la etapa b) de la cristalización y la etapa c) del calentamiento previo es promovida de un nivel de descarga (HA) a un nivel de ingreso (HE) ubicado en un nivel superior.

4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la partícula de prepolímero de poliéster es conducida antes de la etapa c) a través de un dispositivo de retiro de polvo.

5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la partícula de prepolímero de poliéster de la etapa a) exhibe un contenido de grupos carboxilo terminales (X_{COOH}) entre 0.25 y 0.6 y porque durante el tratamiento de las etapas b), c) y d) la fracción de la reacción (E) de esterificación en las reacciones de policondensación (E+T) está entre 0.5 y 1.

6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la partícula calentada de prepolímero de poliéster de la etapa c) es promovida desde un nivel (H0) inicial hasta un nivel (HR) de acceso en el reactor y el nivel (HR) de acceso está entre 40 y 80m por encima del nivel H0 de descarga.

7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la entrega de la partícula calentada de prepolímero de poliéster de la etapa c) ocurre a una temperatura (TF) de entrega, que está preferiblemente entre 5 y 80°C por debajo del punto de fusión cristalino del poliéster.

8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la entrega de la partícula calentada de prepolímero de poliéster de la etapa c) ocurre por medio de una entrega neumática.

9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la entrega de la partícula calentada de prepolímero de poliéster de la etapa c) ocurre mediante una conducción de entrega con un diámetro (DF) interior, en el que el diámetro interior está (DF) entre 250mm y 500mm.

10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la entrega ocurre a una velocidad de entrega (vF), que está entre 5 y 12 m/s.

11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la entrega de la partícula calentada de prepolímero de poliéster de la etapa c) ocurre mediante por lo menos dos conducciones de entrega.

12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la partícula es añadida por lo menos a un dispositivo individual de las etapas b), c) o d) con una corriente másica de entre 40 y 100 toneladas por hora.

13. Dispositivo para la fabricación de un poliéster termoplástico de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, que comprende

a) un reactor a) de policondensación de producto fundido para la fabricación de partículas de prepolímero de poliéster con una viscosidad intrínseca entre 0.35 y 0.75 dl/g

b) por lo menos un cristalizador b) para la cristalización de la partícula de prepolímero de poliéster para la fabricación de partículas parcialmente cristalinas de prepolímero de poliéster

c) por lo menos un calentador c) previo para el calentamiento de las partículas parcialmente cristalinas de prepolímero de poliéster, hasta una temperatura de reacción adecuada para la fabricación de partículas calentadas de prepolímero de poliéster

d) por lo menos un reactor d) para la fabricación de partículas de polímero de poliéster con una viscosidad intrínseca entre 0.70 y 0.95 dl/g, en la que el aumento de la viscosidad intrínseca es de al menos 0.05, en particular al menos 0.1dl/g, en el que la viscosidad intrínseca (I.V.) es determinada mediante medición de la viscosidad relativa (R.V.) de una muestra de poliéster con una concentración de 0.5% (0.5g/dl) en una mezcla de fenol/diclorobenceno (50 : 50 % en peso) a 25°C con un viscosímetro Ubbelohde (según instrucción DIN Nr. 53728, parte 3 de enero de 1985), mediante la ecuación $I.V. = \frac{\sqrt{1+1.4(R.V.-1)}-1}{0.35}$ (dl/g),

caracterizado porque antes del calentador c) previo está dispuesto un dispositivo de retiro de polvo,

el nivel de acceso (HR) en el reactor d) está entre 40 y 80m por encima del nivel H0 de descarga del calentador c) previo.

14. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 13, caracterizado porque el reactor d) con puede ser operado con una corriente másica de entre 40 y 100 toneladas de partículas por hora, un tiempo de residencia de la partícula en el reactor d) entre 6 y 30 horas y una velocidad de caída de la partícula en el reactor d) de más de 2.6 a 6 metros por hora.

15. Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 13 a 14, caracterizado porque el calentador c) previo y el reactor d) están unidos mediante por lo menos dos conducciones de entrega.

16. Dispositivo según una de las reivindicaciones 13 a 15, caracterizado porque las conducciones de entrega son introducidas separadamente en el reactor d), en el que los accesos están orientados de manera diferente o están dispuestos de manera ampliamente distante uno de otro.

17. Dispositivo según una de las reivindicaciones 13 a 16, caracterizado porque las conducciones de entrega exhiben el diámetro interno (DF) entre 250mm y 500mm.

18. Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 13 a 17, caracterizado porque el cristalizador b) y el calentador c) previo están dispuestos de manera paralela y están unidos uno a otro mediante una conducción de entrega.

19. Procedimiento para el retiro de polvo de partículas parcialmente cristalinas de prepolímero de poliéster, caracterizado porque el retiro de polvo ocurre en un aparato de lecho fluido a una temperatura en el intervalo de 100 a 250°C, en particular 130 a 200°C, con una rata específica de rendimiento de 10 a 100 t/h por m^2 de superficie de criba, en particular mayor a 15 t/h por m^2 de superficie de criba.
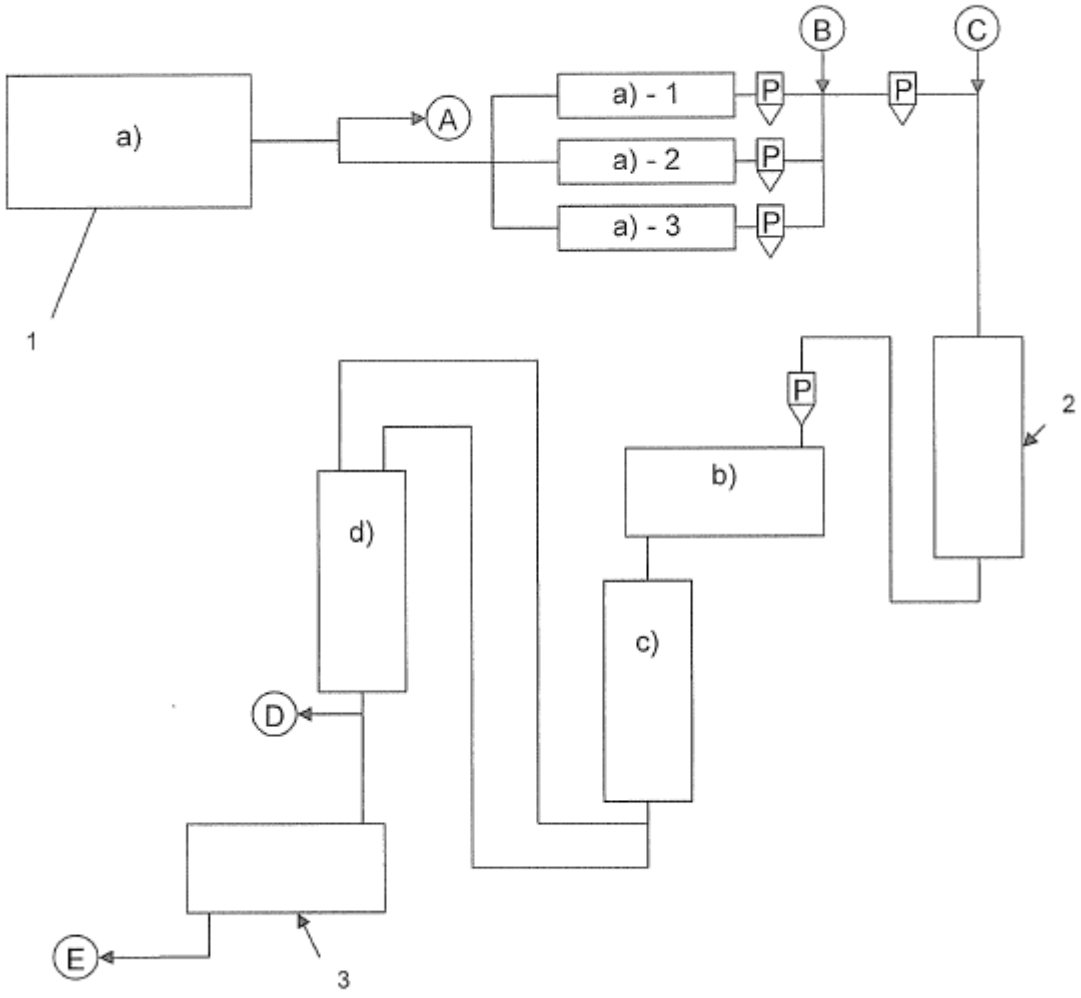
Figura 1