

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 727 085**

51 Int. Cl.:

**C08J 3/00** (2006.01)  
**B29B 13/02** (2006.01)  
**B29B 13/06** (2006.01)  
**B29D 22/00** (2006.01)  
**B29C 45/00** (2006.01)  
**C08J 3/12** (2006.01)  
**C08G 63/127** (2006.01)  
**C08G 63/183** (2006.01)  
**C08L 67/03** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.07.2015 PCT/EP2015/065691**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **14.01.2016 WO16005493**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.07.2015 E 15736470 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.04.2019 EP 3166993**

54 Título: **Método para procesar tereftalato de polietileno**

30 Prioridad:

**10.07.2014 EP 14176604**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**14.10.2019**

73 Titular/es:

**SOCIÉTÉ DES PRODUITS NESTLÉ S.A. (100.0%)  
Entre-deux-Villes  
1800 Vevey, CH**

72 Inventor/es:

**CHOPINEZ, JEAN-MARC y  
BRIOIS, JEAN-FRANÇOIS**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 727 085 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

Método para procesar tereftalato de polietileno

## 5 Campo técnico

La invención se refiere al procesamiento de PET (tereftalato de polietileno).

10 Se refiere al procesamiento de PET entre su suministro en forma bruta, por ejemplo virutas de PET, y su moldeado para formar una preforma o un recipiente tal como una botella. Se enfoca a las etapas de procesamiento antes del moldeado del PET y, más particularmente, a un proceso para secar PET.

Antecedentes de la invención

15 El PET es una resina polimérica termoplástica de la familia de los poliésteres y se usa comúnmente en recipientes de bebidas, alimentos y otros líquidos. Para formar un recipiente tal como una botella, se pueden usar métodos de moldeado en una o dos etapas. Por ejemplo, en un método en dos etapas, se moldea una preforma por inyección. A continuación, en una segunda máquina, la preforma se infla a su forma final utilizando moldeado por soplado y estirado.

20 El PET se suministra habitualmente en forma de virutas o escamas de PET. El material de virutas de PET se lleva a una temperatura alta para moldearse. Una extrusora proporciona el material de PET fundido a un molde de preforma.

25 Sin embargo, en forma sólida, tal como virutas de PET, el PET tiene un alto comportamiento higroscópico. Las virutas de PET absorben la humedad de la atmósfera hasta que se alcanza el equilibrio. Las virutas de PET suministradas para el procesamiento están saturadas de agua y pueden contener hasta un 0,6 % en peso de agua. Durante la plastificación en la extrusora, la presencia de humedad rompe las cadenas de polímero. Cualquier cantidad de agua presente en esta etapa hidroliza rápidamente el polímero, reduciendo de ese modo su peso molecular y dañando sus propiedades físicas.

30 Más particularmente, la ruptura de las cadenas de polímero de PET da como resultado una caída en la IV (viscosidad intrínseca) del PET. La viscosidad intrínseca se usa habitualmente para caracterizar el material de PET. Es una medida del peso molecular del polímero. Cuanto más largas son las cadenas de polímero y más entrelazamientos hay entre las cadenas, mayor es la viscosidad. Una caída en la IV puede dar como resultado defectos en la preforma o el recipiente moldeados, tales como crecimiento de burbujas, rayas, o un aspecto turbio. Además, la degradación a través de hidrólisis del PET puede causar generación de acetaldehído, benceno, y/o formaldehído. Por lo general, el acetaldehído puede causar mal sabor en el agua embotellada: esta es la razón por la que se debe evitar su generación.

40 De acuerdo con las buenas prácticas aceptadas habitualmente en el moldeado de PET, el PET se tiene que secar hasta un contenido de humedad muy bajo antes del moldeado. De hecho, el contenido de humedad se reduce a un máximo de un 0,005 % (50 ppm) en peso, y preferentemente aproximadamente un 0,003 % (30 ppm).

45 El secado se lleva a cabo en una secadora de PET. Las secadoras de PET habituales usan un bucle cerrado en el que circula aire caliente y seco. Las virutas o escamas de PET se sitúan en una tolva, y se hace fluir aire seco y caliente sobre el material, del que absorbe humedad. A continuación el aire se conduce a una unidad de secado donde se enfría y se deshumidifica. La deshumidificación se lleva a cabo usando un lecho desecante (generalmente en una torre de desecación) que se debe regenerar de forma periódica. El aire deshumidificado se calienta de nuevo a continuación antes de hacerse pasar de nuevo a través de la tolva.

50 Tres parámetros importantes del aire de secado son la temperatura del aire, el flujo de aire y el punto de rocío del aire. El tiempo de residencia del PET en la tolva (tiempo de secado) es un cuarto parámetro importante en el secado de PET. De hecho, debido al comportamiento higroscópico del PET, está presente humedad en el interior de las virutas de PET. Habitualmente, un tiempo de residencia de aproximadamente seis horas a 180 °C y un punto de rocío de -60 °C son necesarios para llevar el material a menos de 50 ppm de agua en peso.

55 Además de la degradación hidrolítica que se ha detallado anteriormente, el PET se puede degradar a través de degradación oxidativa y degradación térmica. La temperatura de secado usada generalmente es aproximadamente 170 °C, y no debería exceder de 190 °C, también dependiendo de si se usan virutas o escamas de PET reciclado (rPET). La temperatura de secado es la temperatura de aire usada para secar el PET, y también corresponde a la temperatura del PET en la salida de la tolva.

60 Para obtener la sequedad de PET requerida, el punto de rocío del aire (que representa la sequedad del aire) sería aproximadamente -60 °C.

Los parámetros de secado de las virutas de PET se deben controlar de forma cuidadosa de acuerdo con reglas estrictas y bien establecidas.

5 Los fabricantes de PET comercializan el PET en forma de virutas o escamas. La demanda de los clientes (por ejemplo, de los fabricantes de envases) de PET que tiene una alta viscosidad intrínseca (IV) ha aumentado en los últimos años. El PET que tiene una alta IV (en lo sucesivo en el presente documento "PET de alta IV") tiene mejores propiedades mecánicas, y las botellas que se usan para contener bebidas con gas tienen que fabricarse con PET de alta IV. Por lo general, el PET de alta IV que está disponible en el mercado tiene una IV de 0,80 dl/g o superior.

10 El PET que tiene una IV inferior, por lo general entre 0,72 dl/g y 0,76 dl/g, es suficiente para las botellas de bebida sin gas, tales como botellas de agua sin gas. Sin embargo, tal PET que antes se encontraba ampliamente disponible en el mercado, en la actualidad es raro y caro. Esto es debido a que la demanda de PET de alta IV es mucho mayor que la demanda de PET de baja IV, y además debido a que se incorpora habitualmente una cantidad significativa de PET reciclado, que tiene una alta IV, al material de las escamas de PET. Sin embargo, el PET de baja IV tiene algunas ventajas con respecto al PET de alta IV. Es más fácil de inyectar para moldeado. Permite una distribución mejor y más homogénea en el molde en el que se inyecta. Permite la fabricación de preformas que tienen un grosor de pared de menos de 2 mm, que es difícil, si no imposible, con el PET de alta IV. Se necesita una preforma que tenga un bajo grosor de pared para obtener una botella ligera de paredes delgadas.

20 Además, algunos equipos industriales usados para inyectar preformas (o, más generalmente, para inyectar PET en un molde) no son compatibles con el PET de alta IV. De hecho, la inyección de PET de alta IV requiere una mayor presión de inyección, y/o una mayor temperatura de inyección que la inyección de un PET que tiene una IV inferior. Se tiene que usar PET de baja IV caro en estas máquinas industriales, o estas se deben adaptar para hacer posible el uso de PET de alta IV.

25 Sumario de la invención

El solicitante ha descubierto que la pérdida de IV, que se tiene que evitar a toda costa de acuerdo con la práctica habitual, se puede generar de forma voluntaria hasta cierto punto y usar de forma ventajosa.

30 De acuerdo con un primer aspecto de la invención, se proporciona un método para procesar tereftalato de polietileno (PET) de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende:

- 35 - suministrar materia prima de PET;
- secar la materia prima de PET hasta un nivel de humedad objetivo;
- plastificar el PET;
- inyectar el PET plastificado en un molde;

40 en el que el nivel de humedad objetivo está entre 60 ppm y 250 ppm para generar una hidrólisis de PET durante la plastificación que da como resultado una caída controlada de la viscosidad intrínseca del PET.

45 La caída de la viscosidad intrínseca obtenida a través de la hidrólisis del PET durante la plastificación da como resultado una inyección más fácil de un material plastificado más fluido. En el nivel de humedad objetivo, las desventajas de la degradación hidrolítica del PET (formación de acetaldehído, pérdida de propiedades físicas, etc.) se evitan o se mantienen a un nivel aceptable. En comparación con un método de procesamiento de PET convencional, el moldeado por inyección se puede llevar a cabo a una temperatura inferior, y/o la parte moldeada puede ser más delgada o tener un grosor más constante. Se necesita menos energía. Se puede usar un equipo de inyección antiguo o menos potente.

50 Una realización particular de este método puede comprender, antes de secar la materia prima de PET, determinar el nivel de humedad objetivo basándose en la viscosidad intrínseca de la materia prima de PET suministrada y una viscosidad intrínseca fijada como objetivo del PET después de la plastificación.

55 La viscosidad intrínseca fijada como objetivo se establece entre 0,70 dl/g y 0,76 dl/g.

La materia prima suministrada tiene una viscosidad intrínseca comprendida entre 0,80 dl/g y 0,85 dl/g.

60 En tal método, el secado se lleva a cabo a 150 °C o inferior. El secado se lleva a cabo usando secado con aire que tiene un punto de rocío de -40 °C o mayor y preferentemente aproximadamente -30 °C. El secado se lleva a cabo usando un tiempo de residencia de la materia prima de PET en una secadora comprendida entre una y cuatro horas, y preferentemente entre una y tres horas.

65 En particular, el PET se puede moldear por inyección para formar una preforma de recipiente. En tal caso, el recipiente es una botella.

De acuerdo con un segundo aspecto de la invención, se proporciona un método para la formación de una botella que comprende usar un método como se ha descrito anteriormente para proporcionar una preforma de una botella, y obtener la botella usando moldeado por soplado.

5 La botella obtenida puede tener un grosor de pared de menos de 100 micrómetros en al menos un 50 por ciento de su superficie.

10 La invención también se refiere a un método de envasado de bebida sin gas que comprende usar un método para proporcionar una botella de acuerdo con el segundo aspecto de la invención que se ha descrito anteriormente, y a continuación llenar dicha botella con una bebida.

#### Definiciones

15 Como se usa en el presente documento, la expresión "viscosidad intrínseca" (IV), expresada en dl/g, es una medida del peso molecular promedio del polímero. De hecho, en química de polímeros, la viscosidad intrínseca se refiere a la masa molar calculada mediante la ecuación de Mark-Houwink. Indica la longitud media de una cadena molecular. La viscosidad intrínseca es el límite de la viscosidad específica cuando la concentración del polímero disuelto se aproxima a cero, siendo la viscosidad específica:

$$\eta_{sp} = \frac{\eta_0 - \eta}{\eta}$$

20

donde es  $\eta$  la viscosidad del disolvente en ausencia del polímero disuelto y  $\eta_0$  es la viscosidad de la solución.

25 Como se usa en el presente documento, "punto de rocío" se refiere a la temperatura a la que el vapor de agua del aire comienza a formar pequeñas gotas y a condensar sobre las superficies que están más frías que el punto de rocío del aire. Se expresa en °F o °C. La sequedad del aire se puede expresar en punto de rocío. Cuanto menor es el punto de rocío, mayor es la sequedad del aire.

30 Como se usa en el presente documento, "humedad relativa", "contenido de humedad", o "nivel de humedad" del PET es la proporción del peso del agua contenida en el material de PET con respecto al peso de dicho material de PET. Se expresa en porcentaje o en partes por millón (ppm).

35 Como se usa en el presente documento, la expresión "tiempo de residencia" se refiere al tiempo durante el que el aire caliente se envía a la tolva para retirar la humedad del material seco.

40 Como se usa en el presente documento, la expresión "temperatura del aire" se refiere a la temperatura del aire introducido en la tolva para secar el material. La temperatura del aire es un parámetro de secado fundamental para todos los polímeros. Los materiales higroscópicos, tales como los polímeros, tienen una fuerte atracción por el agua, de un modo tal que las moléculas de agua están unidas al material y las fuerzas que unen las moléculas de agua a las cadenas de polímero se debilitan por encima de cierta temperatura. La temperatura del aire se puede expresar en °C o en °F.

45 Como se usa en el presente documento, el término "cristalinidad" se refiere al grado de orden estructural en un sólido, por ejemplo un polímero tal como PET. El grado de cristalinidad tiene una gran influencia en la dureza, densidad, transparencia y difusión.

#### Breve descripción de las figuras

- 50 - La Figura 1 es una representación esquemática de una línea de procesamiento de PET.
- La Figura 2 es una nomografía que representa la relación entre la IV del PET antes del secado y moldeado por inyección y la IV del PET después de tal procesamiento, dependiendo del contenido de humedad de PET después del secado.
- La Figura 3 ilustra de forma esquemática la influencia en el secado de PET del punto de rocío del aire usado para el secado;
- 55 - La Figura 4 ilustra de forma esquemática la influencia del tiempo de secado en el secado de PET;
- La Figura 5 muestra una comparación entre dos procesos de secado de PET usando diferentes parámetros;
- La Figura 6 ilustra de forma esquemática un ejemplo de fluctuación de IV durante el secado de PET.
- La Figura 7 ilustra de forma esquemática otro ejemplo de fluctuación de IV durante el secado de PET.
- 60 - La Figura 8 es un diagrama de bloques que representa un proceso de acuerdo con una realización de la invención.

## Descripción detallada

Para una comprensión completa de la presente invención y de las ventajas de la misma, se hace referencia a la siguiente descripción detallada de la invención.

5 Se ha de entender que se pueden combinar diversas realizaciones de la presente invención con otras realizaciones de la invención y son meramente ilustrativas de las formas específicas de realizar y usar la invención y no limitan el ámbito de la invención cuando se tienen en cuenta con las reivindicaciones y la siguiente descripción detallada.

10 Como se usa en la presente memoria descriptiva, las palabras "comprende", "comprender", y las palabras similares, no se han de interpretar en un sentido exclusivo o exhaustivo. En otras palabras, se pretende que signifiquen "que incluye, pero no se limita a".

15 La invención se describe además por referencia a los siguientes ejemplos. Se ha de entender que no se pretende que la invención, tal y como se reivindica, se vea limitada por estos ejemplos en modo alguno.

20 La Figura 1 es una representación esquemática de una línea de procesamiento de PET. El PET se suministra en forma de virutas o escamas de PET. Las virutas de PET se introducen en una tolva 1, donde se secan. La secadora de PET comprende dicha tolva 1 y una unidad 2 de secado. La unidad de secado comprende medios 3 configurados para enfriar y deshumidificar el aire que se extrae de la tolva 1. Dichos medios pueden comprender una torre de desecación. Las secadoras tienen por lo general dos torres llenas de desecante con válvulas de conmutación que dirigen el flujo de aire a una de las dos torres: mientras una de las torres está secando el aire la otra está en un modo de regeneración en el que la humedad recogida se descarga al aire ambiente. Un calentador 4 de aire está configurado para llevar el aire deshumidificado a una temperatura elevada. El aire caliente y seco vuelve a continuación a la tolva 1, donde recoge el agua contenida en las virutas de PET.

De ese modo, se forma un ciclo cerrado de aire en la secadora de PET.

30 Después de haberse secado durante varias horas, la tolva 1 se abre y el PET alcanza una extrusora 5. La plastificación del PET sucede en la extrusora. El material plastificado se introduce a continuación en un molde 6 donde toma la forma deseada. El PET se enfría y vuelve a un estado sólido en el molde 6.

35 Este proceso se usa en particular para obtener preformas de recipientes de PET tales como botellas. Una preforma obtenida de ese modo se moldea por soplado a continuación para tomar su forma final (por ejemplo, la forma de la botella, un recipiente de paredes delgadas, etc.).

40 La Figura 2 es una nomografía (también denominado nomograma, gráfico de alineación o ábaco) que representa la relación entre la IV del PET antes del secado y el moldeado por inyección y la IV del PET después del secado y la plastificación, dependiendo del contenido de humedad del PET después del secado. Este gráfico, que representa información bien conocida de una forma conveniente, ha sido establecido por Plastic Technologies, Inc. (PTI®).

45 Este gráfico comprende tres escalas verticales. La escala de la izquierda representa la IV del PET antes del procesamiento, es decir, la IV (en dl/g) del PET que constituyen las virutas de PET según se proporciona desde el fabricante de PET. La escala del Centro representa la IV (en dl/g) del PET después de la plastificación en la extrusora, que es también la IV final del PET moldeado. La escala de la derecha representa el contenido de humedad del PET después del secado, expresado en porcentaje en peso.

50 Este gráfico se lee trazando una línea recta entre dos valores dados de dos escalas diferentes, haciendo de ese modo posible determinar el valor correspondiente en la tercera escala. Por ejemplo (véase la línea A en la figura 2), si se proporciona un PET que tiene una IV de 0,82 dl/g, y el valor de IV final buscado es de 0,80 dl/g, se debe alcanzar un contenido de humedad máximo de un 0,002 % (o 20 ppm) después del secado. Estos son los valores habituales usados para fabricar botellas de bebidas, por ejemplo botellas de agua con gas que requieren el uso de PET de alta IV.

55 También se puede deducir a partir de este gráfico que cualquier traza de humedad presente en el PET después del secado generará una caída en el valor de IV. Solo una humedad de un 0 % (que en la práctica es imposible) evitaría cualquier caída en la IV. Esta es la razón por la que se acepta habitualmente que el contenido de humedad se tiene que reducir a través de secado hasta un máximo de aproximadamente un 0,003 % en peso (30 ppm), y en cualquier caso menos de un 0,005 % (50 ppm).

60 La pérdida de IV se produce principalmente durante la plastificación del PET en la extrusora. Esta pérdida se debe a una degradación reversible y/o no reversible del PET (ruptura de las cadenas de polímero).

65 La degradación es un proceso químico que afecta no solo a la composición química del polímero, sino también a parámetros físicos tales como el color del polímero, su conformación de cadena, su peso molecular, su distribución de peso molecular y su cristalinidad.

La degradación tiene tres orígenes: hidrolítico, termooxidativo, y térmico.

5 La degradación térmica se debe al sobrecalentamiento del material durante el proceso de inyección. Da como resultado decoloración, escisiones de la cadena que dan como resultado una reducción en el peso molecular, formación de acetaldehído y, finalmente, malas características mecánicas de los productos.

La degradación termooxidativa se debe a la reacción con oxígeno. Da como resultado una degradación del material que causa una pérdida de IV, formación de acetaldehído, decoloración y pérdida de propiedades mecánicas.

10 La degradación hidrolítica está causada por la presencia de agua (humedad) en el material que conduce a hidrólisis del polímero. Da como resultado una reducción en el peso molecular (reducción de la viscosidad intrínseca), pérdida de propiedades mecánicas y formación de acetaldehído.

15 Sin embargo, a la misma temperatura, el impacto de la degradación hidrolítica es 5.000 veces mayor que el impacto de la degradación oxidativa y 10.000 veces mayor que el impacto de la degradación térmica.

Esta es la razón por la que el contenido de humedad del PET después del secado es el factor más importante en la caída de la IV.

20 La reacción de hidrólisis conduce a una escisión de las cadenas moleculares en el enlace éster. A medida que se acortan las cadenas de polímero, el peso molecular disminuye de un modo tal que la viscosidad en estado fundido y la viscosidad intrínseca también disminuyen. El contenido de grupos terminales carbonilo (tales como acetaldehído; benceno y formaldehído) aumenta.

25 Sin embargo, el solicitante descubierto que, a pesar de los prejuicios existentes, se puede generar una degradación hidrolítica bien controlada del PET durante la plastificación sin que dé como resultado defectos inaceptables del objeto de PET moldeado.

30 De hecho, el secado de PET hasta un valor de contenido de humedad superior a 50 ppm hace posible obtener un PET que tiene una baja IV (por lo general entre 0,70 dl/g y 0,75 dl/g) a partir de PET que tiene una alta IV.

35 Esto puede ser ventajoso, por ejemplo, debido a que en algunos mercados el PET de baja IV no se encuentra muy disponible y de ese modo es caro, mientras que el PET de alta IV está ampliamente distribuido y de ese modo es más barato. Además, algunos equipos industriales no son compatibles con la inyección de PET de alta IV.

A continuación, se explicarán otras ventajas de una caída de IV considerable pero controlada.

40 Por ejemplo, partiendo de PET que tiene una IV de 0,82 dl/g, se puede obtener una IV final de 0,74 dl/g por secado del PET hasta un 0,010 % de humedad (véase la línea B de la Figura 2). Un valor de 0,74 dl/g es suficiente para fabricar botellas destinadas a contener agua sin gas, mientras que el PET que tiene tal baja IV es más fácil de moldear, debido a que requiere una presión menor para el moldeado por inyección, y tiene una distribución más homogénea en el molde. Permite que se fabriquen preformas que tienen un grosor de pared de menos de 2 mm, haciendo posible obtener botellas pequeñas de paredes delgadas ligeras después de moldeado por soplado, que tienen por lo general un grosor de pared de menos de 200 micrómetros, o incluso menos de 100 micrómetros.

45 A diferencia de lo que se piensa habitualmente, tal caída en IV se puede generar sin causar defectos en el objeto moldeado, y sin generar una cantidad inaceptable de acetaldehído. Incluso se pueden mantener los parámetros de moldeado por inyección convencionales (presión de inyección, velocidad de inyección, etc.). Esto se puede explicar por el hecho de que el impacto negativo de la hidrólisis se compensa al menos parcialmente mediante el impacto positivo de una mayor fluidez del material, una menor desviación y una temperatura de inyección posiblemente inferior.

50 Por lo general, se puede obtener una caída controlada en la IV durante la plastificación del PET dejando un contenido de humedad entre 60 ppm y 250 ppm después del secado, dependiendo de la IV del PET antes del secado y la IV final buscada.

Un tercer ejemplo se muestra en la Figura 2. La línea indicada por C ilustra que, partiendo de un PET que tiene una IV de 0,84 dl/g, un contenido de humedad de 150 ppm conduce a una IV final de 0,72 dl/g.

60 De ese modo, se pueden alcanzar numerosos valores de IV final. Las Figuras 3 a 5 ilustran la forma en la que se pueden adaptar los parámetros de secado para obtener un nivel de humedad objetivo.

65 La Figura 3 ilustra de forma esquemática la influencia en el secado de PET del punto de rocío del aire que se usa para el secado. El tiempo de secado (o tiempo de residencia del PET en la tolva) en horas se muestra en el eje de abscisas. La viscosidad intrínseca en dl/g se muestra en el eje de ordenadas.

Se muestran dos curvas en el gráfico. La curva D corresponde al secado con un aire que tiene una temperatura de 170 °C y un punto de rocío de -40 °C. La curva E corresponde a un secado con un aire que tiene la misma temperatura de 170 °C y un punto de rocío de -30 °C. Todos los demás parámetros de secado son iguales.

- 5 El contenido de humedad o la humedad relativa se mide cada hora. El valor de la humedad relativa se escribe junto al punto de medición correspondiente.

10 La primera medición se lleva a cabo después de una hora de secado. Se conoce que durante la primera hora de secado, la IV disminuye drásticamente antes de que aumente de nuevo y a continuación se estabiliza en un valor dependiendo de los parámetros de secado (principalmente la temperatura y el punto de rocío del aire). En una etapa de secado habitual que corresponde a la curva D, se usan una temperatura del aire de 170 °C y un punto de rocío de -40 °C para obtener, después de cinco horas de secado, una humedad relativa de aproximadamente 30 ppm (aquí 33,4 ppm). Este valor permanece estable o disminuye muy lentamente si el secado se continúa después de cinco horas.

15 La curva E ilustra el secado de PET en las mismas condiciones de secado, excepto en que se usa aire que tiene un punto de rocío de -30 °C (lo que significa que el aire que se usa para el secado es ligeramente más húmedo que el aire que se usa para la etapa de secado que se ilustra en la curva D). En este ejemplo, con un punto de rocío de -30 °C, la humedad relativa del PET se estabiliza en aproximadamente 60 ppm (aquí 61,2 ppm después de 5 horas de secado). Como se ilustra en la Figura 2, se puede usar el secado de PET a 60 ppm de agua, por ejemplo, para fabricar un material que tiene una IV inicial de 0,80 dl/g y alcanza una IV final de 0,75 dl/g.

20 Además de las ventajas que se han mencionado anteriormente, el uso de aire que tiene un punto de rocío mayor es económicamente pertinente, debido a que el lecho de desecante que se usa para secar el aire necesita menos regeneraciones.

25 La Figura 4 ilustra de forma esquemática la influencia del tiempo de secado en el secado del PET. El tiempo de secado (o tiempo de residencia del PET en la tolva) en horas se muestra en el eje de abscisas. La humedad relativa (HR) en ppm se muestra en el eje de ordenadas. La curva F representa el cambio en la humedad relativa del PET durante cinco horas de secado, partiendo de una humedad relativa de 1667 ppm de agua en PET. La curva G representa el cambio en la humedad relativa del PET durante cinco horas de secado, partiendo de una humedad relativa de 680 ppm de agua en PET. Las dos operaciones de secado se llevan a cabo en las mismas condiciones (temperatura de aire de 170 °C y punto de rocío de -40 °C). Este gráfico muestra que son necesarias de cuatro a cinco horas para obtener la misma humedad relativa muy baja de 25 ppm, independientemente de la humedad relativa inicial. Sin embargo, se obtiene una humedad relativa muy similar a partir de aproximadamente dos horas de secado. En las condiciones representadas, se obtiene una humedad relativa de aproximadamente 100 ppm en dos horas, independientemente de la cantidad relativa inicial. Esto muestra que, en la invención, es posible acortar el tiempo de secado para obtener tal humedad relativa, que generará una pérdida esperada en la viscosidad intrínseca. Más generalmente, el tipo de secado puede ser un parámetro adaptado para obtener la humedad relativa buscada del PET. Por ejemplo, se puede usar un tiempo de secado limitado a aproximadamente dos horas (ajustándose finamente este tiempo de forma empírica) en condiciones de secado convencionales para obtener un PET que tiene una humedad relativa de 100 ppm de agua.

40 Como se ilustra en la figura 2, el secado de PET hasta 100 ppm de agua se puede usar, por ejemplo, para preparar un material que tiene una IV inicial de 0,82 dl/g y alcanza una IV final de 0,74 dl/g. El solicitante ha descubierto que el uso de un material de PET que tiene 100 ppm de agua después de secado no (o casi no) perjudica las novedades mecánicas del producto final (después de moldeado por inyección y, si fuera apropiado, moldeado por soplado).

45 La Figura 5 muestra una comparación entre dos procesos de secado de PET que usan diferentes parámetros. El tiempo de secado (o tiempo de residencia de PET en la tolva) en horas se muestra en el eje de abscisas. La humedad relativa (HR) en ppm se muestra en el eje de ordenadas. La curva H representa la evolución de la humedad relativa del PET durante cinco horas de secado, partiendo de una humedad relativa de 2147 ppm de agua, usando un aire de secado que tiene una temperatura de 140 °C y un punto de rocío de -45 °C. La curva I representa la evolución de la humedad relativa del PET durante cinco horas de secado, partiendo de una humedad relativa de 1957 ppm de agua, usando aire de secado que tiene una temperatura de 160 °C y un punto de rocío de -25 °C.

50 La temperatura del aire y el punto de rocío del aire son los parámetros más importantes para el secado. Sin embargo, después de tres horas de secado, la humedad relativa del PET secado a una temperatura relativamente alta (por ejemplo, 160 °C) y un PET secado a una temperatura inferior pero con un punto de rocío muy bajo (por ejemplo, -25 °C), es la misma.

55 La producción de aire caliente requiere consumo de energía. La producción de aire seco requiere un desecante eficaz, que se tiene que regenerar de forma periódica. Además, por lo general, los últimos grados de temperatura y el último porcentaje de sequedad son los más caros de obtener. Esta es la razón por la que, además de las ventajas que conlleva la pérdida controlada de viscosidad intrínseca obtenida en la invención, el uso de aire más frío en comparación con las condiciones de secado convencionales (por ejemplo, una temperatura de 170 °C y un punto de

rocío de  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) tal como en el ejemplo representado por la curva H, y/o un aire que tiene un mayor punto de rocío tal como en el ejemplo representado por la curva I, puede ser rentable.

Sin embargo, por lo general se considera que se debe usar una temperatura de aproximadamente  $170\text{ }^{\circ}\text{C}$ , al menos debido a que una temperatura inferior podría conducir a dificultades en la extrusora, que requeriría el calentamiento del PET de nuevo. Sin embargo, el solicitante ha descubierto que, en un proceso de acuerdo con la invención, se puede usar con éxito una temperatura de secado de  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  (e incluso ligeramente menor). Esto surge del hecho de que la pérdida de IV generada en la extrusora compensa la mayor viscosidad debido a una menor temperatura del PET.

El solicitante ha descubierto que el uso de una temperatura de secado de  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  y un aire que tiene un punto de rocío de  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  es un compromiso rentable para obtener una humedad relativa de PET de aproximadamente 100 ppm. Se puede usar un secado de cinco horas.

La Figura 6 ilustra de forma esquemática un ejemplo de la fluctuación de IV durante el secado de PET. El tiempo de secado (o tiempo de residencia del PET en la tolva) en horas se muestra en el eje de abscisas. La viscosidad intrínseca en dl/g se muestra en el eje de ordenadas. El contenido de humedad o la humedad relativa se mide cada hora. El valor de la humedad relativa se escribe junto con el correspondiente punto de medición.

El gráfico que se muestra en la Figura 6 corresponde a un secado de PET que usa aire a  $160\text{ }^{\circ}\text{C}$  que tiene un punto de rocío de  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Esto es ligeramente más frío que la temperatura de  $170\text{ }^{\circ}\text{C}$  usada generalmente. Durante la primera hora de secado, la viscosidad intrínseca cae drásticamente. Durante las siguientes horas de secado, la viscosidad intrínseca aumenta y se estabiliza después de 5 a 6 horas. Esto también corresponde a una estabilización del contenido de humedad en el PET. En el presente ejemplo, el contenido de humedad se estabiliza a aproximadamente 74 ppm, causando una caída de IV de 0,04 dl/g (que es mucho mayor que el máximo de 0,01 a 0,02 dl/g aceptado habitualmente).

Esto se puede usar, por ejemplo, para fabricar PET que tiene una IV inicial de 0,80 dl/g y alcanzar una IV final de 0,76 dl/g.

La Figura 7 ilustra de forma esquemática un ejemplo de fluctuación de IV durante el secado de PET. El tiempo de secado (o tiempo de residencia del PET en la tolva) en horas se muestra en el eje de abscisas. La viscosidad intrínseca en dl/g se muestra en el eje de ordenadas. El contenido de humedad o la humedad relativa se mide cada hora. El valor de la humedad relativa se escribe junto con el punto correspondiente de medición.

El gráfico que se muestra en la Figura 7 corresponde a un secado de PET que usa aire a  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  que tiene un punto de rocío de  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Este es más frío que la temperatura de  $170\text{ }^{\circ}\text{C}$  usada habitualmente. Durante la primera hora de secado, la viscosidad intrínseca cae drásticamente. Durante las siguientes horas de secado, la viscosidad intrínseca aumenta y se estabiliza después de aproximadamente 2 horas. Esto también corresponde a una estabilización del contenido de humedad en el PET. En el presente ejemplo, el contenido de humedad se estabiliza a aproximadamente 100 ppm, causando una pérdida de IV de 0,06 dl/g (que es mucho mayor que el máximo de 0,01 a 0,02 dl/g aceptado habitualmente).

Esto se puede usar, por ejemplo, para fabricar PET que tiene una IV inicial de 0,80 dl/g y alcanzar una IV final de 0,74 dl/g.

La Figura 8 es un diagrama de bloques que representa un proceso de acuerdo con una realización de la invención. En la realización que se representa, la materia prima de PET se suministra en una primera etapa S1. El PET se suministra habitualmente en forma de virutas de PET que están saturadas de agua. La viscosidad intrínseca del material de PET suministrado se conoce, o se determina en una etapa S2 de determinación de IV.

A continuación, se determina un nivel de humedad objetivo en una tercera etapa S3. El nivel de humedad objetivo se basa preferentemente en la viscosidad intrínseca de la materia prima de PET suministrada, determinado en la etapa S2 de determinación de la realización representada de la invención, y la viscosidad intrínseca fijada como objetivo del PET después de la plastificación. Por lo general, el nivel de humedad objetivo está entre 60 ppm y 250 ppm.

Las virutas de PET se secan a continuación durante una etapa S4 de secado. Después de la etapa de secado, el material de PET ha alcanzado el nivel de humedad objetivo determinado en la tercera etapa S3.

El PET seco se pone a continuación en una extrusora en la que se plastifica en una etapa S5 de plastificación. Durante la etapa S5 de plastificación, se produce la hidrólisis del PET, que conduce a una caída de la viscosidad intrínseca, dependiendo del nivel de humedad del PET después de la etapa S3 de secado.

A continuación, en una etapa S6 de inyección, el PET plastificado se inyecta en un molde. Por ejemplo, se puede moldear por inyección una preforma, estando configurada la preforma para obtener una botella mediante moldeado por soplado.

5 Al generar una pérdida de IV controlada, que se evita a toda costa en la práctica habitual, la invención hace posible usar PET de alta IV barato incluso cuando tal IV alta no es necesaria (por ejemplo, para fabricar botellas de agua sin gas). Se obtiene un menor coste en comparación con el procesamiento convencional de PET de alta IV mediante el uso de aire de secado que es más frío y/o que tiene un mayor punto de rocío que el aire de secado que se usa generalmente para el secado de PET. El tiempo de residencia del PET en la tolva de secado también se puede acortar. Se pueden usar dispositivos de moldeado por inyección relativamente antiguos (que comprenden una extrusora y un molde) sin modificación o actualización. De ese modo, la invención hace posible reducir los costes para proporcionar a lo largo de todo el proceso de fabricación de un recipiente tal como una botella, y hace posible reducir los costes relacionados con el material usado, mientras que mantiene las propiedades físicas del recipiente  
10 obtenido.

15 Una pérdida controlada de la IV del PET también puede facilitar la obtención de preformas que tienen un bajo grosor de pared tal como menos de 2 mm. Tal preforma es necesaria para obtener una botella ligera de paredes delgadas, que tiene paredes que tienen un grosor de menos de 200 micrómetros y preferentemente menos de 100 micrómetros, por ejemplo entre 50 micrómetros y 100 micrómetros. Tal grosor está presente preferentemente en la mayoría de la pared de la botella, es decir, más de un 50 por ciento de la superficie de la botella.

**REIVINDICACIONES**

1. Método para procesar tereftalato de polietileno (PET) que comprende:

- 5           - suministrar materia prima de PET (S1) que tiene una viscosidad intrínseca comprendida entre 0,80 dl/g y 0,85 dl/g;
- secar la materia prima de PET (S4) a una temperatura de 150 °C o inferior hasta un nivel de humedad objetivo entre 60 ppm y 250 ppm, usando el secado del PET aire de secado que tiene un punto de rocío de -40 °C o mayor, preferentemente, aproximadamente -30 °C, y un tiempo de residencia de la materia prima de PET en una secadora comprendido entre una y cuatro horas, preferentemente entre una y tres horas;
- 10           - plastificar el PET (S5) que tiene un nivel de humedad entre 60 ppm y 250 ppm para generar una hidrólisis del PET durante la plastificación (S5) que da como resultado una caída controlada de la viscosidad intrínseca del PET para alcanzar una viscosidad intrínseca fijada como objetivo entre 0,70 dl/g y 0,76 dl/g; e
- 15           - inyectar el PET plastificado (S6) en un molde (6).

2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además, antes de secar la materia prima de PET (S4), determinar el nivel de humedad objetivo (S3) basado en la viscosidad intrínseca de la materia prima de PET suministrada y una viscosidad intrínseca fijada como objetivo del PET después de la plastificación.

20           3. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el PET se moldea por inyección para formar una preforma de recipiente.

25           4. El método de acuerdo con la reivindicación 3, en el que el recipiente es una botella.

          5. Método para formar una botella que comprende usar un método de acuerdo con la reivindicación 4 para proporcionar una preforma de una botella, y obtener la botella usando moldeado por soplado.

30           6. El método para formar una botella de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la botella tiene un grosor de pared de menos de 100 micrómetros sobre al menos un 50 por ciento de su superficie.

          7. Método de envasado de una bebida sin gas que comprende usar un método de acuerdo con la reivindicación 5 o la reivindicación 6 para proporcionar una botella, y llenar dicha botella con la bebida sin gas.

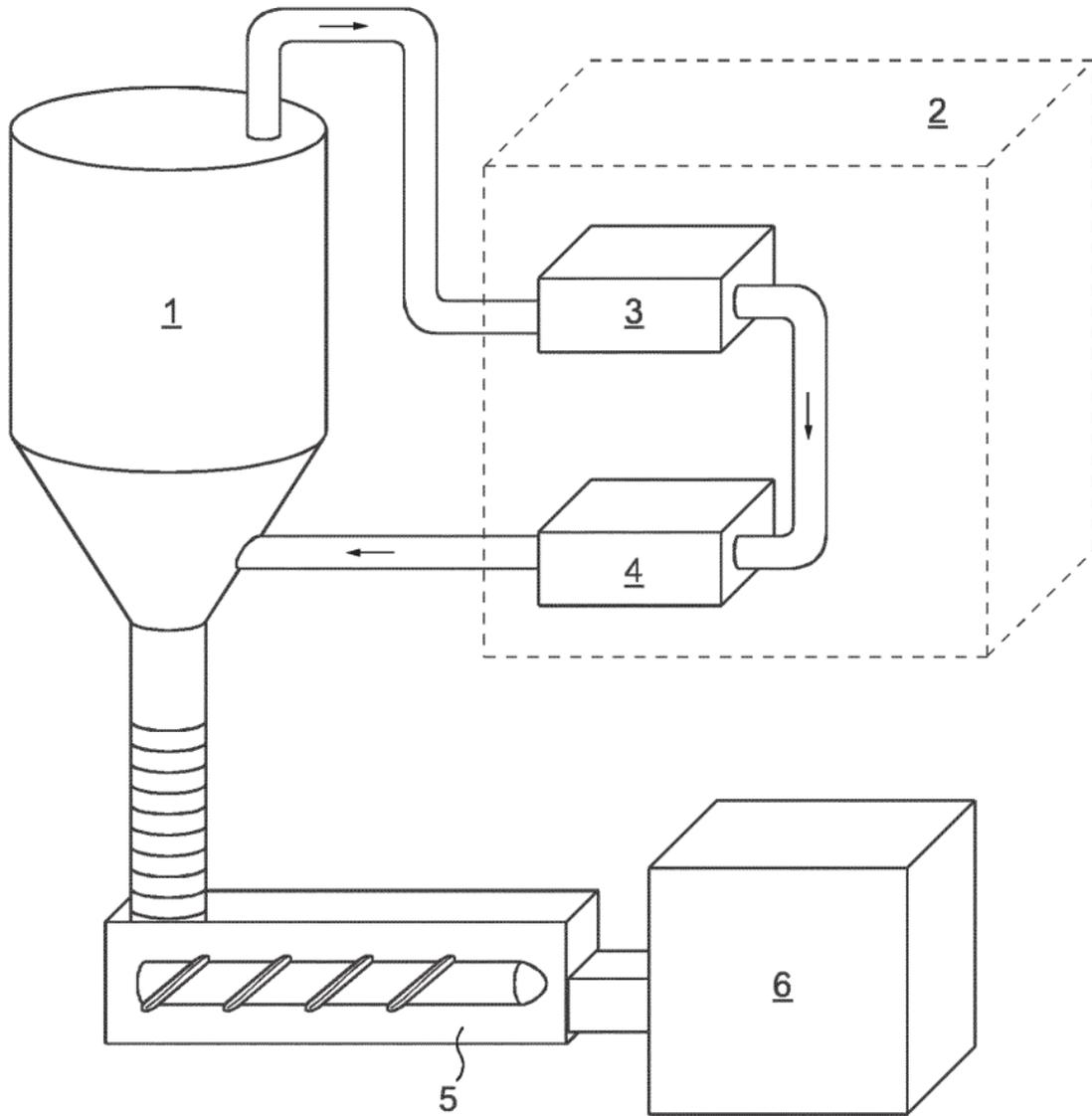
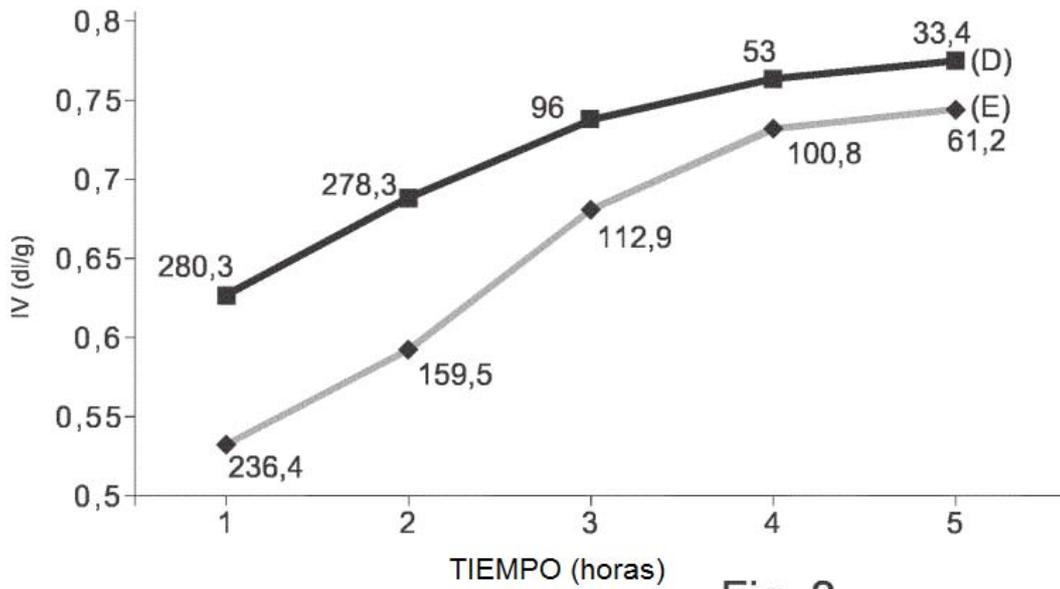
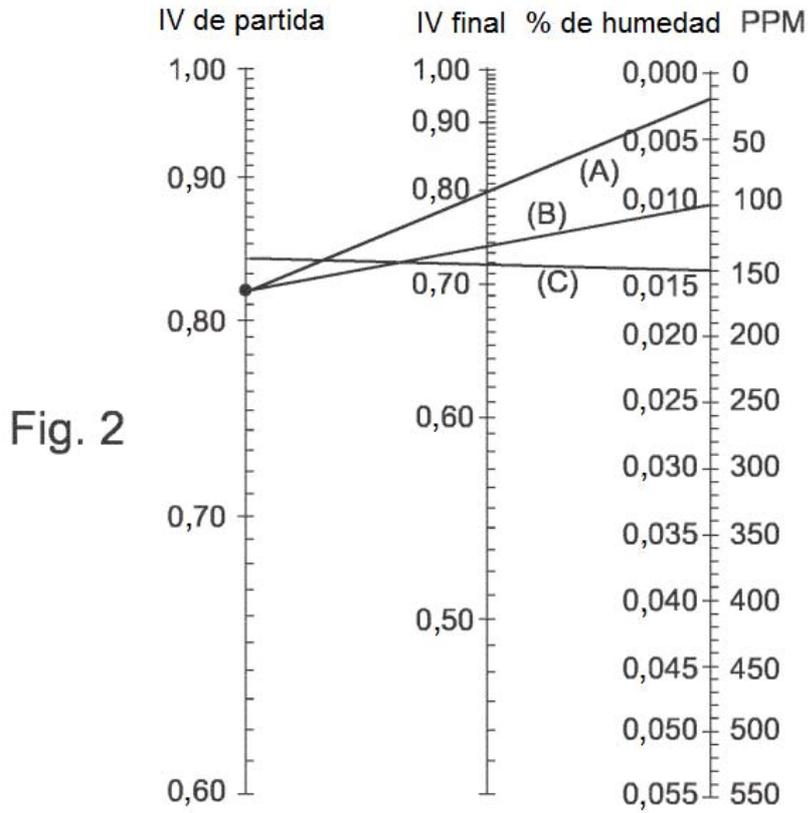


Fig. 1



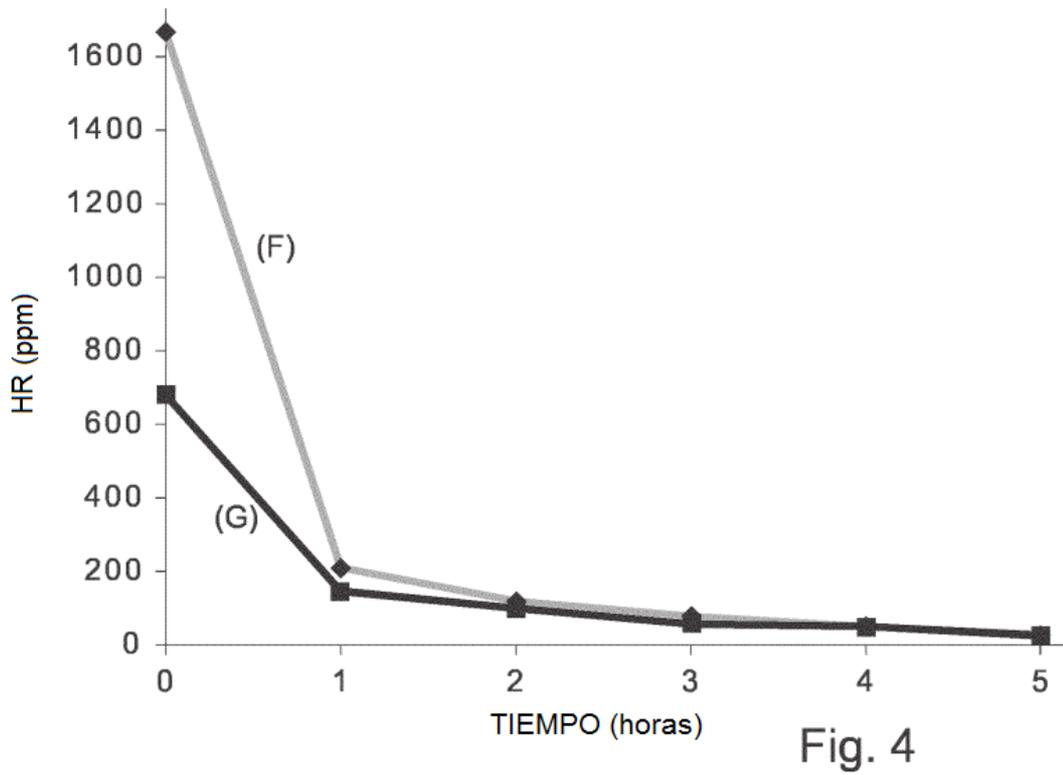


Fig. 4

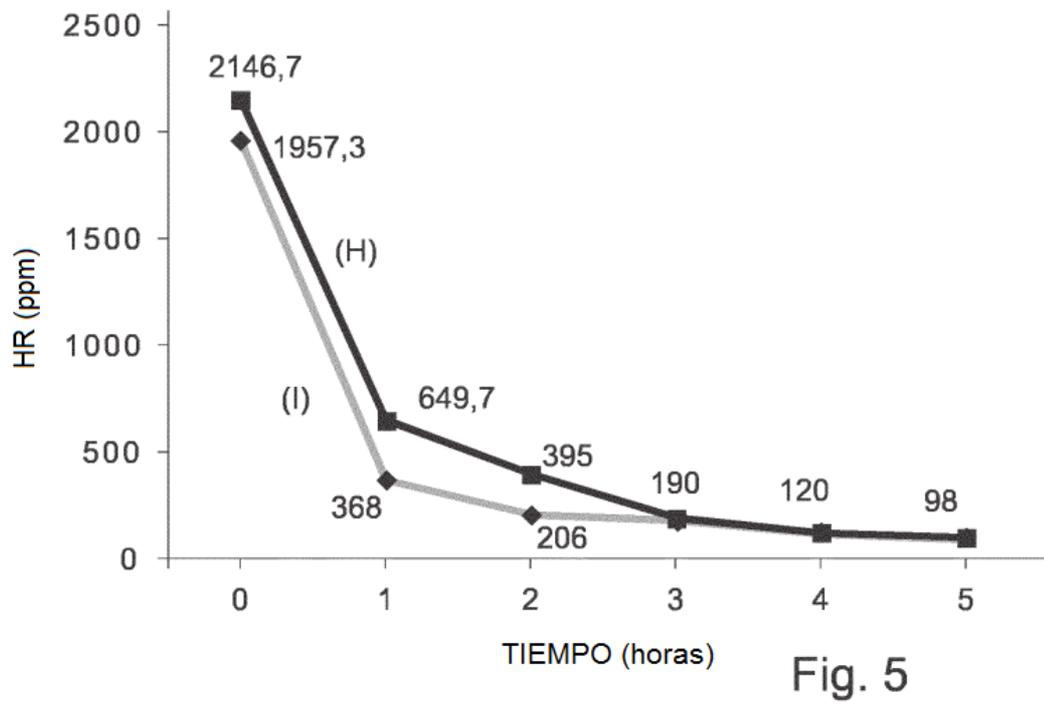


Fig. 5

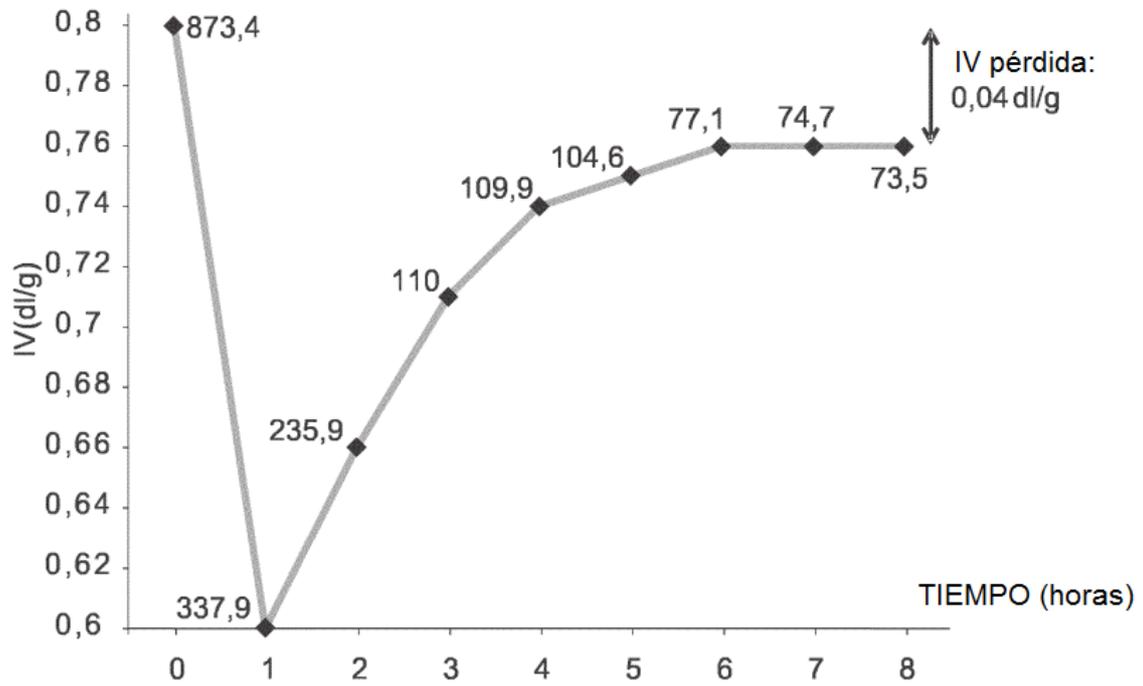


Fig. 6

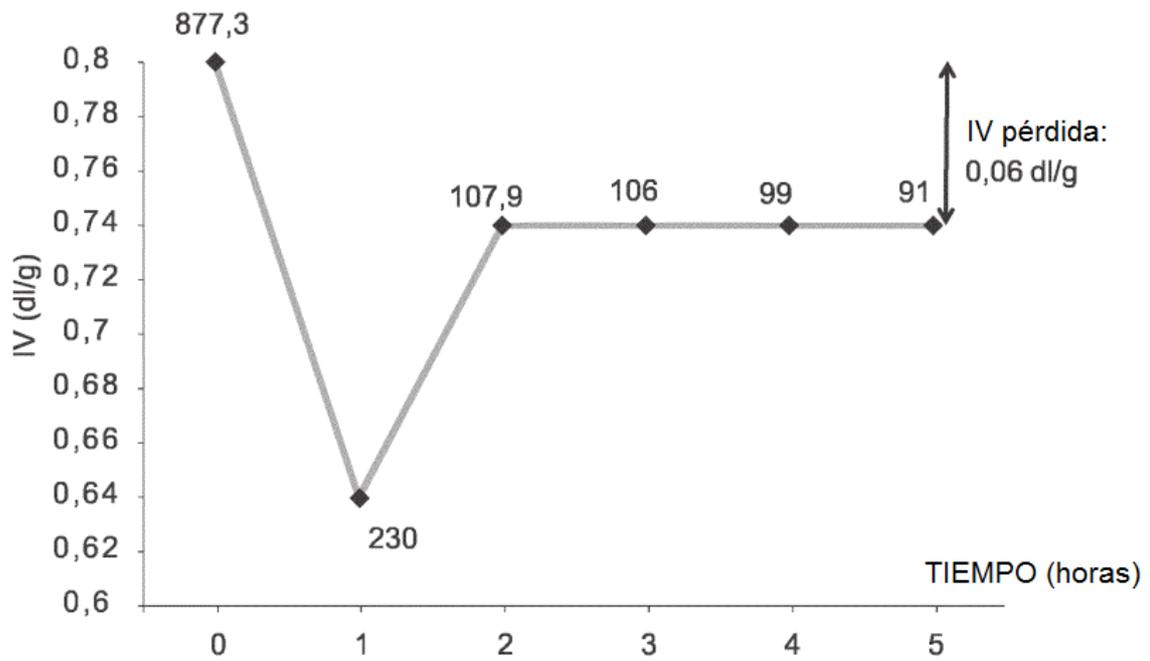


Fig. 7

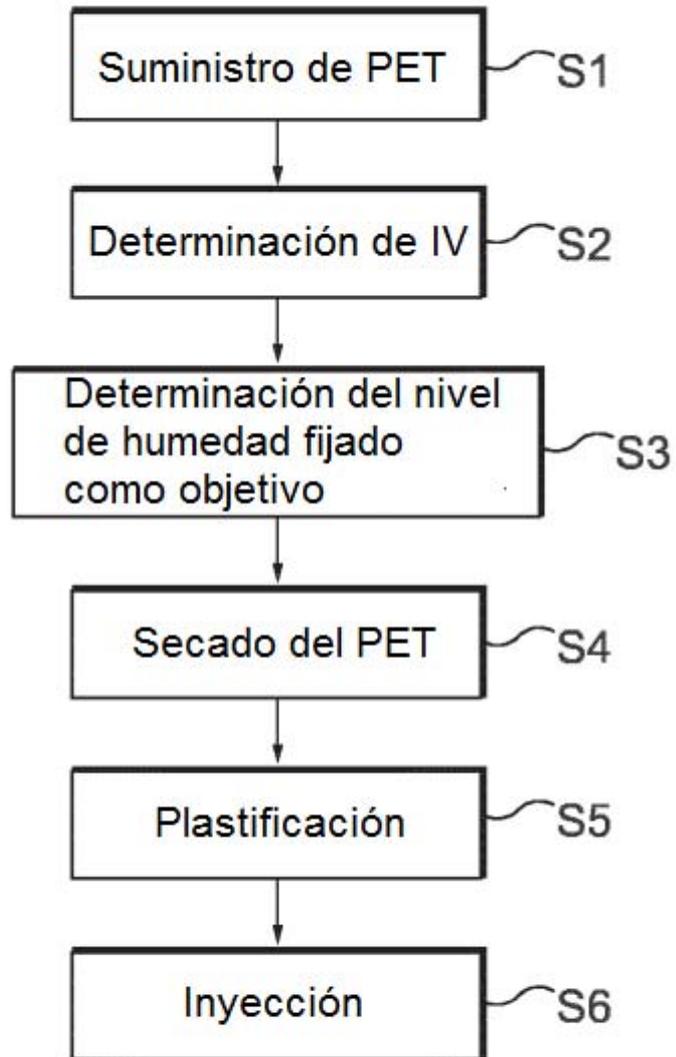


Fig. 8