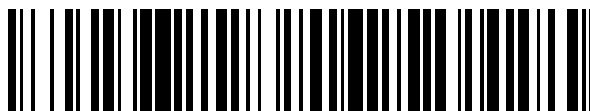


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 767 174**

51 Int. Cl.:

**C08J 11/04** (2006.01)

**C08G 63/183** (2006.01)

**C08G 63/78** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.04.2013 PCT/IN2013/000256**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.11.2013 WO13175497**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.04.2013 E 13756929 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.11.2019 EP 2838941**

54 Título: **Escamas de mezclas de éster y procedimientos para su producción**

30 Prioridad:

**20.04.2012 IN 1271MU2012**

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

**16.06.2020**

73 Titular/es:

**PERPETUAL GLOBAL TECHNOLOGIES LIMITED  
(100.0%)  
1st Floor The Exchange 18 Cybercity  
Ebene, MU**

72 Inventor/es:

**DEVRAJ, SHANKAR**

74 Agente/Representante:

**PONS ARIÑO, Ángel**

**ES 2 767 174 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

Escamas de mezclas de éster y procedimientos para su producción

### 5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a procedimientos relevantes para los procedimientos con tereftalato de polietileno. En particular, la presente invención se refiere a procedimientos para producir las escamas de una mezcla de éster y a procedimientos para usar mezclas de éster que tienen un bajo contenido de glicol libre.

10

### Antecedentes de la invención

El tereftalato de polietileno (PET) es un poliéster termoplástico formado por la reacción de etano-1,2-diol (también conocido como etanodiol, 1,2-dihidroxietano, monoetilenglicol o MEG) y ácido tereftálico purificado (PTA) por esterificación directa para formar bis-(hidroxietil) tereftalato éster ("BHET") que a continuación se polimeriza por intercambio catalizado de éster a polímeros útiles.

Tradicionalmente, el PET se ha utilizado ampliamente porque se puede formar en una película o fibra orientada, tiene alta tenacidad, buena resistencia eléctrica, baja absorción de humedad y un punto de fusión mayor de 245°C. Se ha descubierto que el PET es particularmente valioso para la fabricación de botellas para contener bebidas carbonatadas donde las botellas deben tener una buena resistencia a la tracción, exhibir propiedades mecánicas superiores, contener presión y tener una masa baja conveniente para el transporte y uso. Tales botellas de PET también se usan ampliamente para bebidas no carbonatadas.

El uso extensivo de las botellas de PET ha dado lugar a la necesidad de reciclar las botellas de PET después de consumir su contenido. De manera similar, existe la necesidad de reciclar películas de PET de post-uso, productos textiles y de indumentaria de PET, y los residuos de PET en procedimiento que surgen de la fabricación de todos los productos de PET. Hoy en día, el PET se recicla principalmente mediante cualquiera de dos procedimientos distintos, a saber, mecánico y químico.

30

En el procedimiento mecánico, los residuos de PET (que incluye PET post-consumo) se cortan y lavan para obtener escamas de PET. Estas escamas se convierten a continuación en varios productos finales utilizando procedimientos convencionales de poliéster. Sin embargo, tales escamas se contaminan con frecuencia, lo que da como resultado productos que tienen una calidad que no es comparable con el producto hecho de materias primas petroquímicas vírgenes de alta pureza típicamente utilizadas para hacer poliéster.

35

Convencionalmente, el reciclaje químico del PET se basa en la despolimerización de los residuos de PET al tratarlo con una concentración significativa de glicol a alta temperatura. Esta glucólisis produce un producto que consiste principalmente en ésteres de diferentes pesos moleculares. La mezcla de ésteres generalmente incluye BHET, dímeros, trímeros, tetrámeros y oligómeros superiores. Tales ésteres de procedimientos convencionales de reciclaje químico no pueden almacenarse como un líquido durante períodos prolongados porque temperaturas elevadas (superiores a 200°C) provocan la degradación de las mezclas de los ésteres y la formación de subproductos desfavorables que son perjudiciales para la calidad y consistencia deseadas de los productos finales. Como resultado, el reciclador químico de PET residual en una planta determinada generalmente procesa los ésteres recuperados inmediatamente para una aplicación única o forma de producto final limitadas.

45

Por ejemplo, la patente GB 610,136 describe un procedimiento para obtener BHET y oligómeros superiores a través de la despolimerización de recortes de poliéster usando etilenglicol y a continuación obteniendo poliéster reconstituido mediante la polimerización de BHET y oligómeros superiores inmediatamente. Esto se hace porque el BHET y los oligómeros superiores así obtenidos son inestables cuando se almacenan a alta temperatura y se degradan.

50

En otro ejemplo, la patente US 4609680 describe un procedimiento para la despolimerización de recortes de poliéster donde los recortes de PET se despolimerizan a tereftalato de bis-hidroxietilo (BHET) y/o sus oligómeros suministrando los recortes, junto con etilenglicol, a un reactor que contiene BHET fundido del que una parte del producto en el reactor se retira a un reactor de polimerización.

55

Los procedimientos actuales de reciclaje químico de PET impiden que el éster recuperado de una sola planta de reciclaje se use en una gama más amplia de aplicaciones de productos posteriores. Esto aumenta el riesgo comercial y el coste sobre la inversión de capital para un reciclador que utiliza dichos procedimientos de reciclaje de productos químicos para instalar dichas infraestructuras de conversión posteriores dentro del mismo complejo, adaptadas estrechamente a un producto y mercado final en particular.

60

Por lo tanto, existe la necesidad de un procedimiento donde los ésteres producidos por la glucólisis de los residuos de PET se puedan almacenar para su uso cuando se desee.

65

La patente US 2006/110557 A1 describe composiciones de poliéster que son adecuadas para el moldeo, y que

incluyen polímeros o copolímeros de poliéster que tienen incorporadas partículas de tungsteno metálico que mejoran las propiedades de recalentamiento de las composiciones.

DATABASE WPI Week 200547, Thomson Scientific, London, GB; AN 2005-461446 & JP 2005 154671 A (TEIJIN FIBER KK) 16 de junio de 2005 describe la fabricación de PET al contactar el PET obtenido por polimerización en estado sólido con una solución acuosa de hidróxido de potasio.

### Resumen de la invención

10 Ahora se ha encontrado un procedimiento para producir escamas sólidas de mezclas de éster que se pueden almacenar para usar cuando se desee. Las escamas sólidas se preparan reduciendo el contenido de glicol de la mezcla de éster. La invención es muy adecuada para su uso en el reciclaje de residuos de PET.

Se producen escamas de una mezcla de éster que comprende bis-(hidroxietil)-tereftalato, dímeros, trímeros, 15 tetrámeros, pentámeros y oligómeros superiores de etano-1,2-diol y ácido de tereftalato.

Las escamas producidas de una mezcla de éster son cristalinas, de flujo libre, no pegajosas, estables, almacenables y reutilizables. Además de polimerizar las escamas de éster para preparar productos de PET en los segmentos termoplásticos (p. ej., textiles, botellas y envases rígidos y películas de PET), las escamas de éster también se pueden 20 usar directamente como materias primas principales para poliéster insaturado, espumas de poliuretano y hormigón polimérico o como precursor para tereftalato de dimetilo (DMT) por metanólisis o ácido tereftálico por hidrólisis.

En una realización preferida de la invención, las escamas de la mezcla de éster tienen un punto de fusión igual o inferior a aproximadamente 150°C. Preferiblemente, las escamas de la mezcla de éster tienen un punto de fusión en 25 el intervalo de 120 a 150°C.

En una realización preferida de la invención, las escamas de una mezcla de éster comprenden 2,5% o menos de dietilenglicol, 45 a 55% de tereftalato de bis (hidroxietilo), 25 a 35% de dímeros, 10 a 15% de trímeros, 3 a 8% de 30 tetrámeros, 1 a 2% de pentámeros y oligómeros superiores.

Según un primer aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento para producir escamas de una mezcla de éster que comprende bis-(hidroxietil)-tereftalato, dímeros, trímeros, tetrámeros, pentámeros y oligómeros superiores de etano-1,2-diol y tereftalato ácido, el procedimiento comprende:

35 a) etano-1,2-diol (glicol) de evaporación instantánea a partir de una mezcla de éster obtenida de la glucólisis de PET donde la evaporación instantánea se lleva a cabo a una presión reducida en el intervalo de 100 a 300 mbar (10 a 30 kPa) y a una temperatura en el intervalo de 190°C a 220°C; y  
b) producir escamas de la mezcla de éster de la etapa (a).

40 En esta memoria descriptiva que incluye las reivindicaciones, "glicol libre" se define como etano-1,2-diol (monoetilenglicol) que no está unido químicamente a las moléculas de éster por ningún enlace químico. Se puede identificar y cuantificar como un compuesto químico conocido separado y distinto utilizando pruebas estándar conocidas por los expertos en la materia.

45 El contenido de glicol libre de la mezcla de éster de la etapa (a) impactará en la producción de escamas en la etapa (b). En una realización preferida de la invención, la mezcla de éster de la etapa (a) tiene un contenido de glicol libre de menos de aproximadamente 12%. Más preferiblemente, el contenido de glicol libre es inferior a aproximadamente 5%. Lo más preferiblemente, el contenido de glicol libre es de aproximadamente 2% o menos.

50 En la memoria descriptiva que incluye las reivindicaciones, "evaporación instantánea" se usa para referirse a un fenómeno donde la mezcla de éster que contiene glicol libre se bombea desde una zona de alta presión hacia una zona de presión reducida. Tan pronto como la mezcla de éster se expone a la presión reducida (por ejemplo, vacío), el etano-1,2-diol se vaporiza inmediatamente. El grado de vaporización depende de las condiciones utilizadas, a saber, la presión y la temperatura. La composición de la mezcla de oligómeros en la mezcla de éster puede aumentar el 55 punto de ebullición del etano-1,2-diol e influir así en la cantidad de etano-1,2-diol eliminado.

La evaporación instantánea en la etapa (a) se lleva a cabo típicamente a presión reducida y a una temperatura predeterminada. La presión reducida para la evaporación instantánea está preferiblemente en el intervalo de 100 a 300 mbar (10 a 30 kPa). Más preferiblemente, la evaporación instantánea se lleva a cabo a aproximadamente 200 60 mbar (aproximadamente 20 kPa). La temperatura predeterminada para la evaporación instantánea depende de la presión reducida. Preferiblemente, la presión reducida se aplica de tal manera que la evaporación instantánea del glicol tiene lugar a aproximadamente 220°C o menos. Más preferiblemente, la evaporación instantánea se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 190°C a 220°C.

65 Fue sorprendente encontrar que las condiciones utilizadas durante la evaporación instantánea no cambiaron el punto de fusión de la mezcla de éster (es decir, permanece a 150°C o menos). Normalmente, se esperaría que la mezcla de

éster se polimerizara a oligómeros ligeramente más elevados como resultado del uso de presión reducida y elevación de temperatura. Si se hubiera producido dicha polimerización en estas condiciones, el punto de fusión habría sido mayor. En el procedimiento de la invención, hay un cambio mínimo en las proporciones relativas de los diversos oligómeros (dímeros, trímeros, tetrámeros y pentámeros) en la mezcla y el punto de fusión permanece a 150°C o menos.

También se descubrió sorprendentemente que había un cambio mínimo en el contenido de dietilenglicol (DEG) en el éster en escamas final. El dietilenglicol es una impureza de una reacción secundaria que no puede eliminarse mediante procedimientos de polimerización posteriores. El dietilenglicol se forma en el procedimiento debido a la reacción química entre las moléculas de etano-1,2-diol y/o moléculas de éster. No todo el dietilenglicol se incorpora a los ésteres y algunos existen en forma libre. Cualquier aumento en el contenido de dietilenglicol perjudicaría el valor de los poliésteres posteriores para aplicaciones tales como hilos de filamentos o botellas.

La prueba de contenido de dietilenglicol es un procedimiento de prueba para estimar el total de dietilenglicol en la mezcla de éster. La prueba disocia el DEG de las moléculas de éster y las mide utilizando técnicas convencionales de cromatografía de gases. En una realización preferida de la invención, la mezcla de éster de la etapa (a) tiene un contenido de dietilenglicol (tanto libre como unido) de aproximadamente 2,5% o menos.

las escamas se pueden producir en la etapa (b) utilizando cualquier procedimiento disponible. En una realización preferida de la invención, se usa un productor de escamas de tambor rotativo convencional para enfriar y solidificar la mezcla de éster para obtener las escamas de la invención. Las escamas también se pueden producir utilizando cualquier otro equipo o procedimiento conocido, como una cinta de enfriamiento o un procedimiento de formación de gránulos.

En esta memoria descriptiva que incluye las reivindicaciones, el término "enfriamiento" se refiere a un procedimiento en el que la mezcla de éster fundido de la etapa (a) se enfría de modo que haya una cristalización adecuada para cambiar la naturaleza de la escama en la superficie del tambor del productor de escamas permitiendo una reducción en la fuerza adhesiva que mantiene la escama sobre la superficie metálica del tambor y hace que sea más fácil romperla.

La temperatura de la mezcla de éster de la etapa (a) y la temperatura del refrigerante usado en la etapa (b) impacta directamente en el nivel de cristalinidad obtenido en la escama del éster final. Por ejemplo, la velocidad de enfriamiento en un productor de escamas de tambor rotativo se puede controlar adecuadamente para producir escamas de éster recicladas que tienen caras cristalinas externas delgadas para garantizar el flujo libre de las escamas cristalinas. La temperatura del medio refrigerante en el productor de escamas rotativo se mantiene preferiblemente en el intervalo de 8°C a 90°C. Más preferiblemente, la temperatura del medio de enfriamiento se mantiene en el intervalo de 70°C a 80°C. Se puede usar cualquier medio de enfriamiento conocido para mantener el equipo a la temperatura deseada. Por ejemplo, los medios de enfriamiento pueden ser agua fría o refrigerada, agua de salmuera, agua caliente, aceite caliente, etano-1,2-diol o cualquier otro medio de enfriamiento o refrigerante conocido.

El procedimiento de la invención puede usarse en un procedimiento continuo, un procedimiento por lotes o un procedimiento semicontinuo.

En una realización preferida de la invención, la mezcla de éster usada para preparar las escamas se obtiene de la glucólisis de residuos de PET. Los residuos de PET que se usan para formar los ésteres reciclados usados en la invención pueden ser PET de cualquier forma adecuada para el reciclaje, incluyendo, entre otros, botellas de PET post-consumo, películas de PET, residuos textiles de poliéster, envases rígidos, etc. Los residuos de PET pueden someterse a glucólisis utilizando cualquier procedimiento conocido por los expertos en la materia. Si los residuos de PET están contaminados, los procedimientos adecuados incluyen los descritos en las patentes US5504121, US5602187, US6518322 y US 7214723. El contenido de esas patentes se incorpora en su totalidad por referencia.

Además, la mezcla de éster obtenida de la evaporación instantánea en la etapa (a) puede usarse directamente para la polimerización para producir chips de PET u otros productos de PET. El contenido de glicol libre más bajo permite que la polimerización tenga lugar a una temperatura más baja y en menos tiempo en comparación con las técnicas presentes discutidas en la técnica anterior.

Según un segundo aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento para producir productos de PET a partir de una mezcla de éster que comprende bis-(hidroxietil)-tereftalato, dímeros, trímeros, tetrámeros, pentámeros y oligómeros superiores de etano-1,2-diol y ácido de tereftalato, el procedimiento comprende las etapas de:

- (a) evaporación instantánea de etano-1,2-diol a partir de una mezcla de éster obtenida de la glucólisis de PET donde la evaporación instantánea se lleva a cabo a una presión reducida en el intervalo de 100 a 300 mbar (10 a 30 kPa) y a una temperatura en el intervalo de 190°C a 220°C; y
- (b) polimerizar la mezcla de éster de la etapa (a) lista para producir productos de PET.

La presente invención permite una reutilización amplia y rentable de materia prima reciclada en cualquier sitio del

cliente para la fabricación de resina de botellas de poliéster, hilo de filamento o cualquier aplicación que requiera poliésteres. Además, la presente invención es beneficiosa para el medio ambiente porque permite un uso más amplio de ésteres reciclables descontaminados a partir de residuos de PET.

## 5 Breve descripción de los dibujos

Ahora se describirán diversas realizaciones/aspectos de la invención con referencia al siguiente dibujo no limitativo en el que:

- 10 La Figura 1 es un dibujo de un diagrama de flujo que ilustra una realización de un procedimiento para producir escamas de ésteres reciclados a partir de residuos de PET según la presente invención.

### Descripción detallada de una realización preferida de la invención

- 15 Aunque la descripción de la invención en el presente documento usa una realización ejemplar específica para comprender mejor la invención, esto no limita la invención a esa realización específica.

La Figura 1 muestra un diagrama de flujo que ilustra un procedimiento para producir escamas de ésteres reciclados a partir de residuos de PET según una realización preferida de la presente invención.

- 20 La glucólisis (no mostrada) de los residuos de PET se lleva a cabo usando etano-1,2-diol. Antes de la glucólisis, los residuos de PET se someten a un tratamiento previo utilizando procedimientos conocidos que incluyen la descontaminación y la reducción del tamaño de los residuos de PET para facilitar el transporte físico de los residuos de PET. El procedimiento de glucólisis descrito en la patente US 7214,723 produce ésteres reciclados que tienen un  
25 contenido de glicol libre en el intervalo de 17 a 80% dependiendo de la cantidad de etano-1,2-diol utilizado para la glucólisis.

- En la Figura 1, los ésteres reciclados fundidos (incluido el exceso de etano-1,2-diol) (**A**) de la descontaminación y la glucólisis de los residuos de PET entran en el recipiente de prueba (1). Los ésteres reciclados proceden mediante una  
30 bomba (2) al filtro (3) para eliminar partículas sólidas, si las hay, y a continuación se envían a un precalentador (4) antes de ingresar al evaporador instantáneo (5) para evaporar rápidamente el glicol para obtener ésteres reciclados que tienen un contenido de glicol libre inferior a aproximadamente 12%, preferiblemente inferior a aproximadamente 2%. El etano-1,2-diol (**C**) extraído durante la evaporación instantánea se captura a través de una línea de vapor (6a) y un condensador de pulverización (6b) en un recipiente de recogida (7) para su recuperación y reciclaje.

- 35 Como la evaporación instantánea de glicol en el éster reciclado obtenido de la glucólisis de los residuos de PET se lleva a cabo por debajo de 220°C, no hay un aumento significativo en el contenido de dietilenglicol (una impureza que a menudo se forma a temperaturas más altas) en el éster reciclado. El contenido de dietilenglicol resultante en el éster reciclado después de la evaporación instantánea se mantiene preferiblemente por debajo del 2,5%. Además, la  
40 proporción relativa de los ésteres de bajo peso molecular que incluyen BHET, dímeros, trímeros, tetrámeros y pentámeros en el éster reciclado permanece similar a la presente antes de la evaporación instantánea.

- Como se muestra en la Figura 1, la mezcla de éster obtenida del evaporador instantáneo (5) a continuación avanza a través de una bomba (9) hasta el productor de escamas de tambor rotativo (10) para ser enfriada y solidificada para  
45 obtener escamas de éster reciclado (**B**). Alternativamente, la mezcla de éster puede enviarse a polimerización (**D**) para fabricar productos de PET como chips de PET, botellas, materiales textiles, películas de PET, etc.

- En la Figura 1, se usa un productor de escamas de tambor rotativo convencional (10) para enfriar y solidificar la mezcla de éster para obtener las escamas de la invención. Se puede usar cualquier medio de enfriamiento conocido para  
50 mantener el productor de escamas de tambor rotativo a la temperatura deseada. Por ejemplo, los medios de enfriamiento pueden ser agua fría o refrigerada, agua de salmuera, agua caliente, aceite caliente o cualquier otro medio de enfriamiento o refrigerante conocido.

- La mezcla de éster forma escamas de éster sólido cristalino (**B**) que se desprenden del tambor utilizando una cuchilla estacionaria en el productor de escamas de tambor rotativo. El material desprendido tiene la forma de una escama de  
55 forma irregular en el intervalo de tamaño de 3 mm a 20 mm. Esta escama de forma irregular cae a continuación por gravedad desde el productor de escamas de tambor rotativo sobre una cinta transportadora (no se muestra) y se deja enfriar a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 50°C a temperatura ambiente en la cinta transportadora (no se muestra). Al final de la cinta transportadora, se permite que el material caiga en una estación de embalaje (no  
60 se muestra) para embalar en bolsas según lo requieran otros usuarios finales después de su venta.

- Las escamas de la mezcla de éster son cristalinas, de flujo libre, no pegajosas, estables a temperatura ambiente, almacenables y pueden ser transportadas y reutilizadas. En el punto de reutilización, las escamas de éster se pueden fundir usando un reactor convencional agitado y calentado a aproximadamente 150°C en un líquido. Este líquido se  
65 puede inyectar a continuación en la etapa de prepolimerización de cualquier planta de poliéster de terceros existente en el sitio o remotamente para hacer productos de PET.

## Ejemplos

La presente invención se ilustrará ahora adicionalmente en los siguientes ejemplos no limitativos realizados en la planta de fabricación de Polygenta situada en Nashik, India (la "Planta"). Los expertos en la técnica entenderán que se pueden hacer varios cambios en la temperatura, la presión y el contenido de glicol o se pueden sustituir equivalentes sin apartarse del verdadero espíritu y alcance de la invención.

### Ejemplo 1 - Procedimiento por Lotes utilizando Planta Piloto

Se usaron procedimientos conocidos para llevar a cabo la glucólisis de los residuos de PET a aproximadamente 220°C para producir ésteres en la Planta. Se recogieron 50 kg de éster reciclado diluido en una bandeja y se dejó enfriar hasta un sólido ceroso que no fluye a temperatura ambiente. Este éster reciclado se cargó a continuación en un reactor piloto y se calentó a aproximadamente 210°C con la aplicación de un vacío de aproximadamente 300 mbar. Esto permitió la evaporación instantánea del etano-1,2-diol del éster reciclado. La evaporación instantánea se llevó a cabo durante 15 minutos y se midió que el contenido de glicol libre en el éster restante en el reactor era de aproximadamente un 11,8%. El éster reciclado que tiene un contenido de glicol libre reducido se vertió en una bandeja y se dejó solidificar en un sólido duro y quebradizo a temperatura ambiente. Aproximadamente 20 kg del sólido duro y quebradizo se fundieron para formar un líquido de baja viscosidad que fluye libremente a 150°C y a continuación se vertió en un productor de escamas rotativo con agua fría a aproximadamente 10°C circulando dentro del tambor. Esto permitió la solidificación y la formación de escamas del líquido de baja viscosidad en escamas de éster reciclado.

En este punto, el éster reciclado purificado estaba en forma cristalina. Las pruebas de composición de éster mostraron que las escamas comprendían 50% de tereftalato de bis(hidroxietilo), 32% de dímeros, 10% de trímeros, 4% de tetrámeros, 1% de pentámeros, siendo los ésteres restantes oligómeros superiores. Además, las escamas tenían un contenido de glicol libre de 1,9% y un contenido de dietilenglicol de 2,3%. El punto de fusión fue de 120°C a 135°C.

Las escamas se almacenaron durante 7 días a  $55 \pm 1^\circ\text{C}$  /  $90 \pm 2\%$  de humedad relativa y a continuación se probaron y se reutilizaron posteriormente en el sitio. No se observaron cambios en el éster y fue reutilizable.

### Ejemplo 2 - Procedimiento por Lotes utilizando Planta Piloto

Se usaron procedimientos conocidos para llevar a cabo la glucólisis de los residuos de PET a aproximadamente 220°C para producir ésteres en la Planta. Se recogieron 50 kg de éster reciclado en una bandeja y se dejó enfriar hasta un sólido ceroso que no fluye a temperatura ambiente. Este éster se cargó a continuación en un reactor piloto y se calentó a aproximadamente 205°C con la aplicación de un vacío de aproximadamente 300 mbar. Esto permitió la evaporación instantánea del glicol del éster. Cuando se completó la evaporación instantánea y se probó el éster restante en el reactor, tenía un contenido de glicol libre de 1,9%. El éster reciclado se vertió en una bandeja y se dejó solidificar en un sólido duro y quebradizo a temperatura ambiente. Aproximadamente 20 kg del sólido duro y quebradizo se fundieron primero para formar un líquido de baja viscosidad que fluye libremente a 150°C, que a continuación se vertió en un productor de escamas rotativo con agua fría a aproximadamente 10°C circulando dentro del tambor. Esto permitió la solidificación y la formación de escamas del líquido de baja viscosidad en escamas de éster reciclado. Las escamas de éster reciclado eran cristalinas.

Los resultados de la prueba de composición de éster mostraron que las escamas comprendían 49,5% de tereftalato de bis (hidroxietilo), 32,27% de dímeros, 11,86% de trímeros, 7,12% de tetrámeros, 1,11% de pentámeros, siendo los ésteres restantes oligómeros superiores. Además, las escamas tenían un contenido de glicol libre de 1,9% y un contenido de dietilenglicol de 2,4%. El punto de fusión fue de 120°C a 135°C.

Se realizaron estudios de exposición para la estabilidad de las escamas almacenando el éster reciclado a  $55^\circ\text{C} \pm 1$  y una humedad relativa de  $90 \pm 2\%$  durante siete días. No hubo cambios físicos en el producto en términos de propiedades de flujo libre y la pérdida de peso en tales condiciones de almacenamiento fue insignificante (0,24%).

### Ejemplo 3 - Procedimiento Continuo para Hacer que el Poliéster se Funda

Este ejemplo se realizó utilizando un procedimiento según la Figura 1.

Una mezcla de éster fundido (A) obtenido de la glucólisis y la filtración de residuos de PET que tienen un contenido de glicol libre de aproximadamente un 18% se recogió en un recipiente de prueba (1) y a continuación llevado al procedimiento posterior a una velocidad de 1300 kg/h a través de una bomba (2) y filtro final (3). Este líquido se hizo pasar continuamente a través de un precalentador (4) que aumentó la temperatura de la mezcla de éster de aproximadamente 185°C a aproximadamente 220°C. La mezcla de éster caliente a una temperatura de aproximadamente 220°C se introdujo entonces continuamente en un evaporador instantáneo (5) que funciona al vacío, a una presión de 200 mbar. El glicol que se desprendió fue conducido continuamente a un condensador de pulverización (6b) donde se condensó y se subenfrió a una temperatura de 40°C. El glicol condensado se recogió a continuación en un recipiente de recogida (7). Este glicol condensado fue a continuación enviado a recuperación (C)

Los contenidos del evaporador instantáneo (5) se mantuvieron a un nivel de aproximadamente 50% y se recircularon continuamente a una velocidad de 21,000 m<sup>3</sup>/h a través de un recalentador (8) y una bomba de circulación de éster (9). En este punto, el contenido del evaporador instantáneo (5) tenía un contenido de glicol libre de aproximadamente 1,0%. Una porción de esta corriente de recirculación (velocidad de flujo 850 kg/h) se condujo continuamente a una  
5 planta de polimerización continua para la conversión en poliéster fundido con una viscosidad intrínseca de 0,63 ± 0,005. Esta masa fundida de poliéster se usó a continuación para hacer hilo de filamento de poliéster 100% reciclado de alta calidad.

#### **Ejemplo 4 - Procedimiento Continuo para Hacer escamas de Éster**

10

Este ejemplo se realizó utilizando un procedimiento según la Figura 1.

Una mezcla de éster fundido (**A**) obtenido de la glucólisis y la filtración de residuos de PET que tienen un contenido de glicol libre de aproximadamente un 18% se recogió en un recipiente de prueba (1) y a continuación llevado al  
15 procedimiento posterior a una velocidad de 1300 kg/h a través de una bomba (2) y filtro final (3). Este líquido se hizo pasar continuamente a través de un precalentador (4) que aumentó la temperatura de la mezcla de éster de aproximadamente 185°C a aproximadamente 200°C. La mezcla de éster caliente a una temperatura de aproximadamente 200°C se introdujo entonces continuamente en un evaporador instantáneo (5) que funciona al vacío, a una presión de 300 mbar. El glicol que se desprendió fue conducido continuamente a un condensador de  
20 pulverización (6b) donde se condensó y se subenfrió a una temperatura de 40°C. El glicol condensado se recogió a continuación en un recipiente de recogida (7). Este glicol condensado fue a continuación enviado a recuperación (**C**) Los contenidos del evaporador instantáneo (5) se mantuvieron a un nivel de aproximadamente 50% y se recircularon continuamente a una velocidad de 21,000 m<sup>3</sup>/h a través de un recalentador (8) y una bomba de circulación de éster (9). Una porción de esta corriente de recirculación (velocidad de flujo 850 kg/h) se condujo a continuación  
25 continuamente a un productor de escamas de tambor rotativo convencional (10). En este punto, esta corriente tenía un contenido de glicol libre de aproximadamente 2,0%. El productor de escamas de tambor rotativo (10) se mantuvo frío haciendo circular agua caliente a aproximadamente 80°C. Cuando la mezcla de éster concentrado cayó sobre la superficie del tambor del productor de escamas de tambor rotativo (10) (a una velocidad de flujo de 850 kg/h) se enfrió rápidamente en la superficie del tambor relativamente más frío en un sólido. A continuación se raspó la superficie  
30 sólida de la superficie del tambor usando una cuchilla estacionaria para formar escamas (**B**) Las escamas cayeron por gravedad debajo de la cuchilla estacionaria sobre una cinta transportadora (no se muestra) que llevó las escamas a la estación de embalaje (no se muestra) donde se permitió que las escamas cayeran por gravedad en bolsas (no se muestran).

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir escamas de una mezcla de éster que comprende bis-(hidroxietil)-tereftalato, dímeros, trímeros, tetrámeros, pentámeros y oligómeros superiores de etano-1,2-diol y ácido tereftalato, el  
5 procedimiento comprende las etapas de:
- a) etano-1,2-diol de evaporación instantánea a partir de una mezcla de éster obtenida de la glucólisis de PET (tereftalato de polietileno) donde la evaporación instantánea se lleva a cabo a una presión reducida en el intervalo de 100 a 300 mbar (10 a 30 kPa) y a una temperatura en el intervalo de 190°C a 220°C; y  
10 b) producir escamas de la mezcla de éster de la etapa (a).
2. El procedimiento según la reivindicación 1, donde la etapa (b) se lleva a cabo enfriando y solidificando la mezcla de éster de la etapa (a).
- 15 3. El procedimiento según la reivindicación 2, donde el enfriamiento y la solidificación rápida se llevan a cabo usando un productor de escamas de tambor rotativo.
4. El procedimiento según la reivindicación 3, donde el productor de escamas de tambor rotativo en la etapa (b) tiene un medio refrigerante a una temperatura en el intervalo de 8°C a 90°C.  
20
5. El procedimiento según la reivindicación 3, donde el productor de escamas de tambor rotativo en la etapa (b) tiene un medio refrigerante a una temperatura en el intervalo de 70°C a 80°C.
6. Un procedimiento para producir productos de PET a partir de una mezcla de éster que comprende bis-  
25 (hidroxietil)-tereftalato, dímeros, trímeros, tetrámeros, pentámeros y oligómeros superiores de etano-1,2-diol y ácido tereftalato, el procedimiento comprende las etapas de:
- a) etano-1,2-diol de evaporación instantánea a partir de una mezcla de éster obtenida de la glucólisis de PET donde la evaporación instantánea se lleva a cabo a una presión reducida en el intervalo de 100 a 300 mbar (10 a 30 kPa) y a una temperatura en el intervalo de 190°C a 220°C; y  
30 b) polimerizar la mezcla de éster de la etapa (a) lista para producir productos de PET.
7. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde el contenido de glicol libre de la mezcla de éster después de la etapa (a) es inferior al 12%.
- 35 8. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde el contenido de glicol libre de la mezcla de éster después de la etapa (a) es del 2% o menos.
9. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, donde la mezcla de éster de la etapa (a) tiene un contenido de dietilenglicol (DEG) de 2,5% o menos.  
40
10. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, donde la mezcla de éster de la etapa (a) tiene un punto de fusión igual o inferior a 150°C.
11. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde la evaporación instantánea se  
45 realiza a 200 mbar (20 kPa).



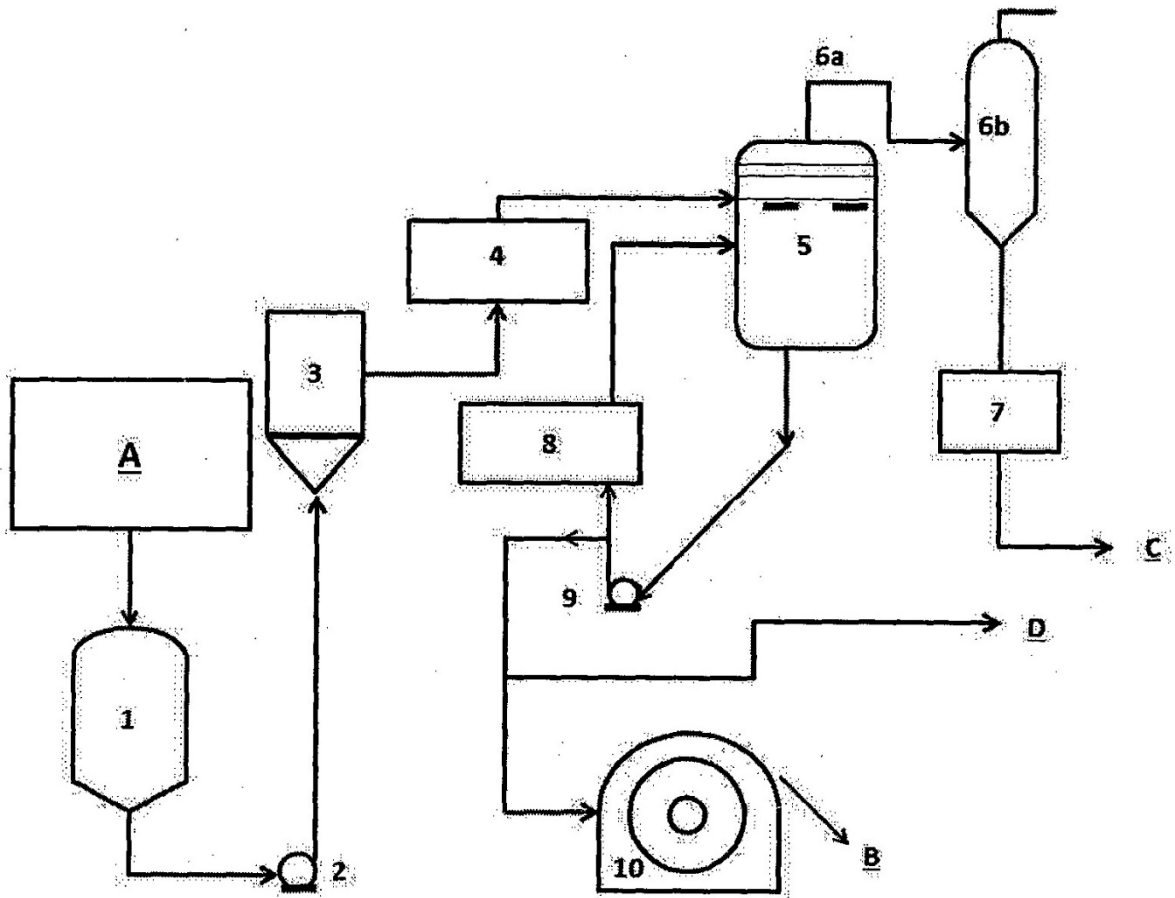


Figura 1