(19) **Bundesrepublik Deutschland**
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 698 32 493 T2** 2006.06.01

(12) # Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 009 613 B1**
(21) Deutsches Aktenzeichen: **698 32 493.5**
(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US98/05403**
(96) Europäisches Aktenzeichen: **98 912 972.1**
(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 98/041381**
(86) PCT-Anmeldetag: **19.03.1998**
(87) Veröffentlichungstag der PCT-Anmeldung: **24.09.1998**
(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **21.06.2000**
(97) Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA: **23.11.2005**
(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **01.06.2006**

(51) Int Cl.[8]: ***B29C 47/50*** (2006.01)

(30) Unionspriorität:

41056 P	**20.03.1997**	**US**
957576	**24.10.1997**	**US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE, DE, ES, FR, GB, IT, NL

(73) Patentinhaber:
Eastman Chemical Co., Kingsport, Tenn., US

(74) Vertreter:
WUESTHOFF & WUESTHOFF Patent- und Rechtsanwälte, 81541 München

(72) Erfinder:
TREECE, Calvin, Lanney, Kingsport, US; OLSEN, Gray, Eric, Kingsport, US; SHELBY, David, Marcus, Kingsport, US; CARROLL, Lamar, Max, Kingsport, US; EKART, Paul, Michael, Kingsport, US

(54) Bezeichnung: **VORRICHTUNG UND VERFAHREN ZUM GIESSEN VON POLYESTER GEGENSTÄNDEN DIREKT AUS DER SCHMELZE**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

GEBIET DER ERFINDUNG

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung und ein Verfahren zum Herstellen gegossener Gegenstände aus Polyester. Insbesondere betrifft die Erfindung eine Vorrichtung und ein Verfahren zum kontinuierlichen Herstellen gegossener Gegenstände aus Polyester mit geringem Acetaldehydgehalt aus einer Schmelze, die durch kontinuierliches Reagieren von Polyestervorläufern hergestellt wurde. Der Polyester wird hergestellt und in einem einzelnen, integrierten, kontinuierlichen Melt-to-Mold-Verfahren ohne eine dazwischen liegende Erstarrung der Schmelze in nützlich geformte Gegenstände gegossen.

BESCHREIBUNG DES STAND DER TECHNIK

[0002] Es ist im Stand der Technik bekannt, dass Polyester bei der Herstellung gegossener Gegenstände, wie beispielsweise Essens- und Getränkebehälter, verbreitet verwendet werden. Diese Polymere werden im Allgemeinen durch Einmalladungs- oder kontinuierliche Schmelzphasenpolykondensationsreaktionen, wie sie im Stand der Technik bekannt sind, hergestellt. Die Polymere werden dann pelletiert und in unterschiedlichen Extrudier- oder Gießvorgängen verwendet. Während der Herstellung und Verarbeitung von Polyestern in der Schmelzphase werden bestimmte Nebenprodukte gebildet. Ein solches Nebenprodukt ist Acetaldehyd, und seine Gegenwart in gegossenen Essensbehältern, Getränkeflaschen, Wasserflaschen und Ähnlichem ist ziemlich gesundheitsschädlich. Insbesondere im Fall von geschmacksempfindlichen Getränken wie beispielsweise Cola, Bier und Wasser ist es in hohem Maße wünschenswert, Vorformen mit weniger als 10 ppm Acetaldehyd herzustellen. Einen solch niedriger Gehalt an Aceltaldehyd zu erreichen ist schwierig, da Acetaldehyd kontinuierlich als Nebenprodukt während der Polymerisation und der anschließenden Schmelzverarbeitung von Polyethylenterephthalat (PET) und ähnlichen Polymeren gebildet wird.

[0003] Im Stand der Technik wurden unterschiedliche Versuche unternommen, um den Acetaldehydgehalt gegossener Gegenstände aus Polyester zu verringern. Ein Drei-Stufen-Verfahren wurde allgemein verwendet, um Polyesterpolymere bereitzustellen, die für die Verwendung in Anwendungen geeignet sind, wo es von Bedeutung ist, die Gegenwart von Acetaldehyd zu minimieren. Ein solches Verfahren beinhaltet üblicherweise die Herstellung eines Vorläuferpolymers mit relativ geringem Molekulargewicht durch Schmelzphasenpolymerisationstechniken, die im Stand der Technik bekannt sind. Der Acetaldehydgehalt eines solchen Vorläufers kann im Bereich von ungefähr 30 ppm bis über 150 ppm abhängig von den gewählten Reaktionsbedingungen liegen. Dieser Vorläufer wird dann abgekühlt, in Pellets geformt, kristallisiert und einer weiteren Festphasenpolymerisation bei einer geringen Temperatur unterzogen. Üblicherweise wird Inertgas verwendet, um Glycole, Acetaldehyd und andere Reaktionsnebenprodukte aus den Pellets zu entfernen, so dass am Ende des Festphasenverfahrens der Acetaldehydgehalt auf unter ungefähr 1 ppm oder weniger reduziert wurde. Das so hergestellte Produkt muss in einem dritten Schritt noch erhitzt und geschmolzen werden, um in eine nützliche Form gegossen zu werden, wie beispielsweise eine Getränkeflaschenvorform, und dieser Vorgang verursacht üblicherweise einen Anstieg des Acetaldehydgehalts ausgehend von weniger als 1 ppm in den Pellets bis zu ungefähr 5 bis ungefähr 10 ppm oder mehr in dem geformten Gegenstand. Dieser drastische Anstieg an Acetaldehyd tritt trotz der Tatsache auf, dass es üblicherweise weniger als ein bis zwei Minuten dauert, den Formvorgang abzuschließen.

[0004] In U.S. Patent Nr. 5,597,891 wird ein verbessertes Verfahren beschrieben zum Senken des Acetaldehydgehalts von geschmolzenem PET auf Gehalte, die zur direkten Verwendung in Gegenständen zum Verpacken von Nahrungsmitteln geeignet sind, indem eine Inertgasspülung verwendet wird, die mit dem geschmolzenen Polyester in Kontakt gebracht wird. In U.S. Patent 4,734,243 wird eine Spritzgießmaschine für Kunststoffe beschrieben, welche mit einer Plastifiziervorrichtung ausgestattet ist, die nacheinander Material plastifiziert und eine Vielzahl von Einspritzvorrichtungen in regelmäßiger Reihenfolge füllt. In dem deutschen Patent DE19505680 wird ein Verfahren für die Herstellung von Flaschenvorformen aus einer Schmelze beschrieben, wobei ein Inertgas dem kontinierlichen Fluss der Polyesterschmelze zugeführt wird und der Acetaldehydgehalt auf unter 10 ppm reduziert wird. In der deutschen Anmeldung DE19503053 wird die Direktherstellung von geformten Verpackungen, die keinen Geschmack von den thermoplastischen Polyestern weitergeben, unter Verwendung von herkömmlichen Katalysatoren beschrieben. Inertgas wird in der Polyesterschmelze verteilt, sofort nachdem diese den Reaktor verlässt, und direkt vor der Formmaschine vakuumentgast. Das Inertgas wird mittels stationärer Leitungsmischer verteilt, und das Entgasen wird in einem vergrößerten Rohrsegment oder Entspannungsbehälter unter Vakuum mit einem optionalen Rührer durchgeführt. Ebenfalls wird ein Acetaldehyd-Reduktionsmittel auf Polyamidbasis in der Nähe des Inertgas-Zufuhrpunktes hinzugefügt. In der japanischen Veröffentlichung 7-164509 wird ein Verfahren und eine Vorrichtung für Wassereinspritzung, -dispersion, -sprudeln und -entgasen beschrieben, wobei flüchtige Bestandteile, die in dem Polymer vorhanden sind, verdampft und ent-

fernt werden. In U.S. Patent Nr. 5,080,845 wird ein Verfahren beschrieben zum Entfernen von Substanzen mit geringem Molekulargewicht aus Polymermaterialien durch Beimischen eines überkritischen Extraktionsgases in das geschmolzene Polymer unter Druck in einem Extruder und dann Übertragen der Mischung an einen zweiten Extruder, der unter reduziertem Druck betrieben wird, wo das Gas zusammen mit den extrahierten Verunreinigungen entlüftet wird und das im Wesentlichen von Verunreinigungen freie Polymermaterial entnommen wird. In U.S. Patent Nr. 5,459,168 wird ein Verfahren beschrieben zum Behandeln eines unreinen thermoplastischen Polymers unter Verwendung einer Extrudiervorrichtung, um Verbindungen mit niedrigem Molekulargewicht zu entfernen. Die Extrudiervorrichtung weist einen beheizten Mantel auf, in welchem ein erster Niedrigdruckbereich vorhanden ist, einen Hochdruckbereich, in dem ein Trennmittel in das geschmolzene Polymer eingeführt wird; einen Extrahierbereich, wo Teile des Trennmittels und Verbindungen mit niedrigem Molekulargewicht entfernt werden; einen zweiten Niedrigdruckbereich, wo der Rest der Verbindungen mit geringem Molekulargewicht und der Trennmittel entfernt werden; einen letzten Hochdruckbereich; und einen Extruderkopf, durch welchen das gereinigte Polymer wiedergewonnen wird. In U.S. Patent Nr. 5,597,525 wird ein Verfahren beschrieben zum Spritzgießen von Polyethylenterephthalat durch Verwenden einer Einspritzeinheit mit Entlüftungsöffnung als Mittel zum Weglassen des vorläufigen Trocknens des Harzes. Die Einheit läßt kein schlechtes Greifen der Schnecke entstehen, und selbst wenn das Gießmaterial ein nicht getrocknetes, unkristallisiertes oder kristallisiertes PET ist, kann sie eine bestimmte Menge des Materials zu jedem Zeitpunkt zuführen, um eine gegossene Form, wie beispielsweise eine Vorform, spritzzugießen, um einen dünnwandigen Behälter zu erzeugen. In diesem Patent wird das Erfordernis beschrieben, die Temperatur des geschmolzenen Polymers auf einem Minimum zu halten, um die Bildung von zusätzlichem AA zu minimieren.

[0005] Es wurde nun herausgefunden, dass eine Vorrichtung und ein Verfahren verwendet werden können, wobei Polyester, wie beispielsweise PET, und ähnliche Polymere kontinuierlich in einer Schmelze hergestellt und in diese Vorrichtung überführt werden können, wo diese von überschüssigem Acetaldehyd und anderen Nebenprodukten gereinigt wird, und direkt aus der Schmelze in nützlich geformte Gegenstände, wie beispielsweise Trinkflaschenvorformen, gegossen werden kann, welche einen niedrigen Acetaldehydgehalt aufweisen. Nicht nur, dass die Vorrichtung der vorliegenden Erfindung kostenintensive zusätzliche Schritte des herkömmlichen Verarbeitens wie beispielsweise Kühlen, Zerkleinern, Trocknen, Kristallisieren, Festphasenpolymerisation und erneutes Schmelzen vermeidet, sondern zusätzlich weisen die hergestellten geformten Artikel einen geringen Acetaldehydgehalt auf, eine bessere Farbe, einen geringeren Verlust von Molekulargewicht auf Grund von Polymerabbau und das Fehlen von Defekten, die als „Blasen" und „unaufgeschlossene Partikel" bekannt sind, welche sich manchmal während herkömmlicher Gießverfahren bilden.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0006] Die Erfindung offenbart eine Vorrichtung zur Herstellung gegossener Gegenstände mit reduziertem Acetaldehydgehalt, welche aufweist:

A) einen Extruder, wobei der Extruder aufweist

a) einen walzenförmigen Zylinder mit einer Vielzahl in Reihe verbundener Bereiche entlang einer Innenseite des Zylinders; wenigstens einen Schneckenschaft entlang der Innenseite des Zylinders durch die Bereiche; sowie Mittel zum Drehen des Schafts;

b) einem ersten Mischbereich mit einem Einlass für geschmolzenes thermoplastisches Polymer und einer Einspritzöffnung für Gas, wobei der erste Mischbereich in der Lage ist, bei einem Druck von ungefähr 7 bis ungefähr 21 MPa (ungefähr 1000 bis ungefähr 3000 psig) gehalten zu werden und Mittel aufweist, um ein geschmolzenes thermoplastisches Polymer und ein Gas zu mischen, um somit eine Mischung aus geschmolzenem Polymer und Gas zu bilden;

c) einen Druckminderungsbereich, der in der Lage ist, aus der Mischung von geschmolzenem Polymer und Gas einen Schmelzschaum unter Bedingungen von gemindertem Druck in einem Entgasungsbereich zu erzeugen, wobei der Entgasungsbereich geeignet ist, auf einem Unterdruck gehalten zu werden und einen Vakuumgasabzug aufweist, der in der Lage ist, Gas aus der Schmelze zu entfernen, um ein entgastes geschmolzenes Polymer bereitzustellen;

d) Mittel zum Transportieren des entgasten geschmolzenen Polymers zu einem zweiten Mischbereich;

e) einen zweiten Mischbereich mit einer Einlassöffnung, die zum Hinzufügen eines Acetaldehyd-Reduktionsmittels geeignet ist, und mit Mitteln zum Mischen und Transportieren des geschmolzenen Polymers zu einem Auslass des Zylinders;

f) Mittel zum Pumpen an dem Auslass des Zylinders, um das Polymer zu wenigstens einer Formvorrichtung zu pumpen; und

B) wenigstens eine Formvorrichtung in Polymer-Fließverbindung mit den Mitteln zum Pumpen, um kontinuierlich geschmolzenes Polymer von den Mitteln zum Pumpen zu erhalten sowie gegossene Gegenstände aus dem Polymer zu formen.

[0007] Die Erfindung offenbart des Weiteren ein

Verfahren zum kontinuierlichen Herstellen gegossener Gegenstände aus Polyester, welches in Reihenfolge aufweist:

a) Reagieren eines Polyester-Homopolymer- oder -Copolymer-Vorläufers in einem Reaktor unter Bedingungen, die ausreichend sind, um einen Strom aus geschmolzenem Polyester-Homopolymer oder -Copolymer zu erzeugen;

b) Mischen des Stroms aus geschmolzenem Polyester mit einem Gasstrom, welcher im Wesentlichen gegenüber dem Polyester inert ist, unter einem Druck von 7 bis ungefähr 21 MPa (ungefähr 1000 bis ungefähr 3000 psig), um dadurch eine Mischung aus geschmolzenem Polyester und Gas zu formen;

c) Reduzieren des Drucks auf Unterdruck, um somit die Mischung zum Schäumen zu bringen;

d) Entfernen des Gases aus dem geschäumten geschmolzenen Polyester, um somit ein entgastes geschmolzenes Polyester bereitzustellen,

e) Mischen des entgasten Polyesters mit einem Acetaldehyd-Reduktionsmittel, um eine Mischung zu bilden, um somit ein geschmolzenes Polyester mit einem Acetaldehydgehalt von weniger als 10 ppm bereit zu stellen;

f) Leiten des geschmolzenen Polymers in wenigstens eine Formvorrichtung, wodurch wenigstens ein gegossener Gegenstand mit einem Acetaldehydgehalt von weniger als 10 ppm bereit gestellt wird; und

g) Formen eines festen gegossenen Gegenstands aus der Mischung ohne Verfestigen des Polyesters, bevor der feste gegossene Gegenstand geformt wird.

KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGSFIGUREN

[0008] Fig. 1 zeigt eine perspektivische Ansicht der Vorrichtung gemäß der Erfindung.

GENAUE BESCHREIBUNG DER BEVORZUGTEN AUSFÜHRUNGSFORM

[0009] Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Entfernen von Acetaldehyd aus geschmolzenen Polymeren, wie beispielsweise Polyestern und insbesondere Polyethylenterephthalat-(PET-)polymeren, gefolgt von direktem Spritzgießen, um Gegenstände mit niedrigem (< 10 ppm) Acetaldehydgehalt zu bilden.

[0010] In der Praxis der vorliegenden Erfindung wird eine Polyesterzusammensetzung zubereitet, die hergestellt wird, indem eine zweiwertige Säure, wie beispielsweise Dicarbonsäure, oder ein niederer Alkyldiester derselben mit einem Glycol kondensiert wird. Zu den Dicarbonsäuren und deren niederen Alkyldiestern, welche verwendet werden können, um einen Polyester zu bilden, gehören Terephthal-, Isophthal-, Phthal-, Naphthalendicarbon-, Bernstein-, Sebacin-, Adipin-, Azelain-, Biphenyldicarbon-, die Hexahydrophthal-, und bis-p-Carboxyphenoxyethansäure. In hohem Maße nützliche Naphthalendicarbonsäuren sind 2,6-, 1,4-, 1,5-, oder 2,7-Isomere, aber 1,2-, 1,3-, 1,6-, 1,7-, 1,8-, 2,3-, 2,4-, 2,5- und/oder 2,8-Isomere können ebenfalls verwendet werden. Zweiwertige Säuren können von ungefähr 2 bis ungefähr 40 Kohlenstoffatome enthalten und sind etwa Isophthal-, Adipin-, Glutar-, Azelain-, Sebacin-, Fumar-, Dimer-, cis- oder trans-1,4-Cyclohexandicarbonsäure, die unterschiedlichen Isomere von Naphthalendicarbonsäuren und Ähnliche. Bevorzugte zweiwertige Säuren sind Terephthalsäure, Isophthalsäure, Naphthalendicarbonsäure, Cyclohexandicarbonsäure und Mischungen derselben. Die zweiwertigen Säuren können in Form von Säure, Säureanhydrid oder als deren Ester, wie beispielsweise Dimethylester, verwendet werden. Eine oder mehrere dieser Säuren und/oder deren niedere Alkyldiester werden mit einem oder mehreren Glycolen zur Reaktion gebracht, welche Glycole mit ungefähr 3 bis ungefähr 10 Kohlenstoffatomen beinhalten, und Ethylenglycol, Propylenglycol, 1,3-Propandiol, 1,4-Butandiol, 1,6-Hexandiol, Diethylenglycol, 1,4-Cyclohexandiol, 1,4-Cyclohexandimethanol, Neopentylglycol und Ähnliches beinhalten. Das 1,4-Cyclohexandimethanol kann in der cis- oder der trans-Form oder als cis-/trans-Mischung vorliegen. Bevorzugte Glycole sind Ethylenglycol, 1,4-Cyclohexandimethanol, Diethylenglycol und Mischungen derselben. Da ein oder mehrere Diester mit einem oder mehreren Glycolen reagieren können, ist der Polyester der Erfindung nicht auf Homopolyester begrenzt, sondern umfasst ebenfalls gemischte Polyester wie beispielsweise Copolyester sowie Copolymere mit anderen Monomeren.

[0011] Polymere, die in diesem Verfahren insbesondere nützlich sind, sind Poly(ethylenterephthalat), Poly(ethylennaphthalendicarbonat), und Copolyester, welche bis zu ungefähr 50 mol-% von modifizierenden zweiwertigen Säuren und/oder Glycolen enthalten. Von den Polyestern, die in dem Schutzbereich der Erfindung liegen, werden jene bevorzugt, welche wenigstens eine größere Menge an Polyethylenterephthalat enthalten, die am meisten bevorzugten sind jene, welche wenigstens 80 mol-% Terephthalsäure und 80 mol-% Ethylenglycol auf einer Basis von 200 mol-% enthalten. Polyethylenterephthalat wird aus einem Polymer gebildet, das durch Polymerisation von bis-(2-Hydroxyethyl)terephthalat gebildet wird, welches wiederum als ein Zwischenschritt von einem von zwei unterschiedlichen Verfahren gebildet ist. Ein Verfahren zum Herstellen von bis-(2-Hydroxyethyl)terephthalat ist die direkte Veresterung von Terephthalsäure mit Ethylenglycol wie in U.S. Patent Nr. 3,050,533 beschrieben. In diesem Verfahren ist das Nebenprodukt der Reaktion Wasser, welches von dem Reaktionsprodukt abdestilliert wird. Ein zweites

Verfahren zum Herstellen von bis-(2-Hydroxyethyl)terephthalat ist die Umesterung von Dialkylester von Terephthalsäure, vorzugsweise Dimethylterephthalat, mit Ethylenglycol. Vorzugsweise reagieren zwei Molanteile von Ethylenglycol mit einem Molanteil von Dialkylterephthalat. Bevorzugter werden mehr als zwei Molanteile Ethylenglycol pro Molanteil Dialkylterephthalat verwendet, da unter diesen Bedingungen die anfängliche Umesterungsreaktion schneller und vollständiger auftritt. Die Umesterungsreaktion wird unter Bedingungen von erhöhter Temperatur durchgeführt. Zum Beispiel kann eine Temperatur im Bereich von ungefähr der Siedetemperatur der Reaktionsmischung bis zu einer Höhe von 250°C verwendet werden. Die Reaktion kann bei atmosphärischem Druck, Unterdruck oder Überdruck auftreten. Ein Nebenprodukt der Umesterungsreaktion ist ein Alkanol. Wenn zum Beispiel Dimethylterephthalat verwendet wird, wird Methanol produziert. Das Alkanol wird dann aus dem Reaktionsprodukt entfernt.

[0012] Um die Reaktionsrate zu steigern, können mehrere bekannte Katalysatoren für die Umesterungsreaktion verwendet werden. Übliche Polyveresterungskatalysatoren, welche verwendet werden können, sind Titanalkoxide, Dibutylzinndilaurat und Antimonoxid oder Antimontriacetat, welche getrennt oder in Kombination verwendet werden, optional mit Zink, Mangan oder Magnesiumacetaten oder -benzoaten und/oder anderen solchen Katalysatormaterialien, welche dem Durchschnittsfachmann bekannt sind. Phosphor- und Kobaltverbindungen können optional ebenfalls von Beginn der Reaktion an vorhanden sein oder können an geeigneten Punkten in dem Vorgang hinzugefügt werden.

[0013] Nachdem das Zwischenprodukt bis-(2-Hydroxyethyl)terephthalat hergestellt wurde, kann dieses in Polyethylenterephthalat umgeformt werden, indem auf eine Temperatur über dem Siedepunkt von Ethylenglycol oder der Reaktionsmischung erhitzt wird unter Bedingungen, die das Entfernen des Glycols oder Wassers bewirken. Das Erwärmen kann bis zu einer Temperatur von 325°C erfolgen, wenn gewünscht. Während des Erwärmens wird der Druck reduziert, um eine schnelle Destillation des überschüssigen Glycols oder Wassers zu sorgen. Das endgültige Polyethylenterephthalat-Polymer kann eine spezifische Viskosität aufweisen, gemessen in Orthochlorphenol bei 25°C, oberhalb von 0,3 Deziliter pro Gramm. Bevorzugter liegt die spezifische Viskosität des Polymers im Bereich von ungefähr 0,4 bis ungefähr 1,0 Deziliter pro Gramm, gemessen in Orthochlorphenol bei 25°C. Noch bevorzugter weist das bei der vorliegenden Erfindung verwendete Polyethylenterephthalat eine spezifische Viskosität von ungefähr 0,5 bis ungefähr 0,7 Deziliter pro Gramm, gemessen in Orthochlorphenol bei 25°C, auf. Die thermoplastische Polyester enthaltenden Polymere der Erfindung haben einen bevorzugten Schmelzpunkt im Bereich von ungefähr 200°C bis ungefähr 330°C oder bevorzugter von ungefähr 220°C bis ungefähr 290°C, und ganz bevorzugt von ungefähr 250°C bis ungefähr 275°C.

[0014] Als Comonomere in Polyestercopolymeren sind solche Bestandteile wie Ether, Ester und partielle Ester von Acryl- und Methacrylsäure und von aromatischen und aliphatischen Polyolen geeignet. Die Herstellung solcher Copolymere ist im Stand der Technik bekannt.

[0015] Viele unterschiedliche Arten von Additiven können abhängig von der Art der gewünschten Eigenschaften in dem fertig gestellten Gegenstand verwendet werden. Solche Additive können Farbstoffe, Antioxidantien, Acetaldehyd-Reduktoren, Stabilisatoren, z.B. UV- und Wärmestabilisatoren, Schlagmodifikationen, Polymerisations-Katalysatordeaktivatoren, Schmelzen-Festigkeitsverstärker („melt-strength enhancer"), Kettenverlängerer, Antistatikmittel, Schmiermittel, Nukleationsmittel, Lösungsmittel, Füllstoffe, Weichmacher und Ähnliches umfassen, sind aber nicht darauf begrenzt.

[0016] Fig. 1 stellt eine übliche Vorrichtung gemäß der Erfindung dar. Sie weist einen Entgasungsextruder **2** und eine Vielzahl von Formvorrichtungen **4** und **6** auf. Der Entgasungsextruderbereich der Vorrichtung weist eine Einzelschnecke oder eine Doppelschnecke auf, wie im Stand der Technik bekannt. Polyestervorläufer, vorzugsweise PET-Vorläufer, werden kontinuierlich stromaufwärts zur Reaktion gebracht und bilden eine Polymerschmelze. Geschmolzenes PET-Polymer von der stromaufwärts gelegenen Verarbeitungsausstattung, üblicherweise einem Polykondensationsreaktor, tritt in den Zylinder **10** des Entgasungsextruderbereiches **2** der Vorrichtung an einer Einlassdüse **8** ein. Innerhalb des Zylinders **10** werden eine oder mehrere Schnecken **12** mit einer festgelegten Geschwindigkeit durch ein Antriebsgetriebe oder Motor **14** gedreht. Extruder **2** weist eine Reihe von Sektionen oder Bereichen auf, wie nachfolgend genauer beschrieben. Die Bereiche sind dadurch gekennzeichnet, dass sie unterschiedliche Drücke aufweisen, die auf das Polymer wirken, wie beispielsweise durch Ändern des Kerndurchmessers der Schnecke **12** oder des Innendurchmessers des Zylinders **10** zusätzlich zu dem Außendurchmesser der Schnecke.

[0017] Polymer tritt in den Extruder bei Einlassdüse **8**, die bei einem ersten Bereich **16** des Extruders angeordnet ist, ein. Die Temperatur des Polymers ist größer als der Schmelzpunkt des Polymers, vorzugsweise nicht mehr als ungefähr 10 bis ungefähr 20°C höher als der Schmelzpunkt des Polymers. Das geschmolzene Polymer kann zu Düse **8** unter Verwendung eines Extruders, einer Zahnradpumpe oder einer anderen geeigneten Pumpvorrichtung zum

Transportieren viskoser Fluide gepumpt werden. Die Schmelze kann optional durch ein Verteilungssystem laufen, welches Parallelvorrichtungen und optional Polymerfilter speist. Die spezifische Viskosität (IhV = inherent viscosity) des Polymers liegt im Allgemeinen im Bereich von ungefähr 0,5 bis ungefähr 1,0. Ein bevorzugter IhV-Bereich ist ungefähr 0,7 bis ungefähr 0,9. Wie hier verwendet, bezieht sich der Begriff „IhV" auf die spezifische Viskosität des Polymers, wie durch eine Lösung von 0,5 Gramm des Polymers in 100 ml einer Mischung aus Phenol (60 Vol.-%) und Tetrachlorethan (40 Vol.-%) gelöst, bestimmt. Die Zufuhrleitung zu Düse **8** sollte derart sein, dass die Verweilzeit (vorzugsweise < 5 Min.) minimiert wird, die gewünschte Temperatur ohne übermäßig heiße Wandtemperaturen gehalten wird, tote Ecken, in denen sich Polymer sammeln und abbauen kann, eliminiert werden und das Polymer unter Bedingungen von minimaler Scherung weitergeleitet wird. Das Polymer wird in Sektion **16** mit einem Gas, welches inert, d.h. mit dem Polymer nicht reaktiv ist, gemischt. Gas wird in Bereich **16** mittels einer Düse **18** eingespritzt, und das Gas und Polymer werden in diesem Bereich unter Druck von ungefähr 7 bis ungefähr 21 MPa (ungefähr 1000 bis ungefähr 3000 psig) gemischt. In dem Kontext der Erfindung nützliche Gase sind etwa, nicht ausschließlich, Stickstoff, Kohlendioxid, C_1- bis C_4-Kohlenwasserstoffe, entfeuchtete Luft, Edelgase und Mischungen derselben. Das Gas ist in einer Menge vorhanden, welche ausreichend ist, um in der Polymerschmelze vorhandenes Acetaldehyd zur späteren Entfernung zu lösen. Inertgas-Durchflussraten sind üblicherweise ungefähr 62 L/kg (ungefähr 1,0 SCF/lb) des Polymers oder weniger, und Raten von ungefähr 15,6 L/kg (ungefähr 0,25 SCF/lb) oder weniger werden bevorzugt. Die Gaseinspritzdüse sollte derart gestaltet sein, dass eher viele kleine als wenige große Blasen gebildet werden. Die Gestaltung der Einspritzdüsen zum Zweck des Verteilens von Gasen ist im Stand der Technik bekannt. Die Schnecke in diesem Bereich sollte so gestaltet sein, dass sie weiteres Aufbrechen der Blasen und Dispersion in geschmolzenem Polymer verursacht.

[0018] Die Mischung aus Polymer und Gas bewegt sich dann durch Druckreduzierungsbereich **20**, wo das geschmolzene Polymer von einem Bereich mit hohem Druck, das heißt, ungefähr 7–21 MPa (ungefähr 1000–3000 psig) in Bereich **16** in einen Bereich geringen Drucks < 1,33 kPa (< 10 mmHg) und vorzugsweise < 0,133 kPa (< 1 mmHg) in einen Entgasungsbereich **22** übergeht. Bei Druckreduzierungsbereich **20** wird der Fluss des Polymers durch bekannte Mittel begrenzt, mit, aber nicht darauf begrenzt, einer variablen, fließbereichartigen Zylinder-Ventil-Anordnung, rückwärts pumpenden Schneckenstegen oder einer fest eingebauten, Blasen bildenden Staustelle. Die Anwendung und Verwendung dieser flusseinschränkenden Verfahren ist im Stand der Technik der Extrudergestaltung bekannt.

[0019] Die Druckreduzierung erzeugt einen Schmelzschaum unter Bedingungen von reduziertem Druck in einer teilweise gefüllten und belüfteten Entgasungssektion **22**. In Bereich **22** wird der offene Bereich, der durch die Zylinderwand und Schnecke(n) begrenzt ist, beträchtlich erweitert durch eine Kombination von Erhöhen der Tiefe des Schneckenstegs oder des Zylinder-Schneckendurchmessers. Dieser Bereich ist mit einer Belüftungsdüse **24** ausgestattet, die an eine Vakuumpumpe angeschlossen ist, so dass der Druck in diesem Bereich bei Drücken < 1,33 kPa (< 10 mmHg) und vorzugsweise < 0,133 kPa (< 1 mmHg) gehalten werden kann. Wenn das geschmolzene Polymer durch den Reduzierungsbereich **20** läuft, dehnen sich die Gasblasen aus, um eine weniger dichte, geschäumte Polymer-/Gasphase zu erzeugen. Der offene Bereich in Bereich **22** sollte derart sein, dass der Schaum das freie Volumen, das durch die Zylinderwand und Schnecke(n) begrenzt ist, nicht vollständig füllt. Üblicherweise sollte der Anteil des freien Volumens, das durch den Schaum belegt wird, 50–70% nicht überschreiten. Ist dieser erst einmal gebildet, wird der Schaum den Zylinder hinunter transportiert mit einer Verweildauer in Bereich **22** von üblicherweise 1 Minute oder weniger, um ausreichend Zeit zu bieten, damit das gelöste Acetaldehyd aus der geschmolzenen Polymerphase heraus und in die Gasphase diffundiert.

[0020] In einem Verdichtungsbereich **26** werden im Wesentlichen alle verbleibenden Gasblasen ausgedrückt, um eine kontinuierliche Schmelzphase zu bilden, die frei von Gasblasen ist. Wenn das geschäumte Polymer durch diesen Bereich **26** des sich verringernden offenen Bereichs transportiert wird, füllt das geschäumte Polymer zuerst das freie Volumen, das durch die Zylinderwand und Schnecke(n) begrenzt wird, dann werden Gasblasen aus dem geschmolzenen Polymer herausgezwängt, wenn das freie Volumen fortschreitend kleiner wird. Am Ende dieses Bereichs füllt die geschmolzene Polymerphase im Wesentlichen vollständig das freie Volumen, das von der Schnecke/den Schnecken und der Zylinderwand begrenzt ist, und ist im Wesentlichen frei von Gasblasen.

[0021] Inertgas, welches entgastes Acetaldehyd enthält, wird aus dem Zylinder **10** durch Düse **24** entlüftet. Die Gestaltung von Schnecken zum wirksamen Befördern von geschäumten Schmelzen und Entlüften unter Bedingungen des teilweisen Füllens des Zylinders ist im Stand der Technik der Extrudergestaltung bekannt. Stromabwärts von Bereich **26** liegt ein Bereich **28**, in dem der offene Bereich des Zylinders im Wesentlichen konstant bleibt und das geschmolzene Polymer durch das Saugen einer Pumpe **32** transportiert wird. Der Druck in diesem Bereich **28** steigt etwa auf ungefähr 1,4 bis 2,8 MPa (ungefähr 200 bis 400 psig) auf Grund der Pumptätigkeit der rotierenden Schnecke. Dieser Bereich ist eben-

falls mit einer Düse **30** ausgestattet, durch welche ein Acetaldehyd-Reduktionsmittel zugeführt werden kann. Das Hinzufügen und Einmischen eines Acetaldehyd-Reduktionsmittels zu der Schmelze dient dazu, jedwedes Acetaldehyd auszuspülen, welches sich stromabwärts der entlüfteten Schneckensektion **22** gebildet hat. Dieser Acetaldehyd-Reduktionsmittel wird üblicherweise als geschmolzenes Harz unter Verwendung einer Zufuhr-Zahnradpumpe zugeführt. Die Zufuhrrate liegt üblicherweise bei einem Verhältnis von < 0,23 kg (< 0,5 lb) eines Additivs/45,4 kg (100 lb) des Polymerdurchsatzes. Die Menge des Acetaldehyd-Reduktors sollte minimiert werden, so dass nur die Menge, die zum Ausspülen des stromabwärts des entlüfteten Entgasungsbereiches **22** gebildeten Acetaldehyds benötigt wird, zugeführt wird. Geeignete Acetaldehyd-Reduktoren beinhalten, sind aber nicht darauf begrenzt, Polyamide, wie beispielsweise jene, die in U.S. Patent Nrn. 5,266,413; 5,258,233 und 4,837,115 offenbart sind; Polyesteramide, Nylon-6 und andere aliphatische Polyamide, wie beispielsweise jene, die in der japanischen Patentanmeldung Sho 62182065 (1987) offenbart sind; Ethylendiamintetraessigsäure wie in U.S. Patent 4,357,461 offenbart, alkoxylierte Polyole wie in U.S. Patent 5,250,333 offenbart, bis(4-β-Hydroxyethoxyphenyl-)sulfon wie in U.S. Patent 4,330,661 offenbart, Zeolith-Verbindungen wie in U.S. Patent 5,104,965 offenbart, 5-Hydroxyisophthalsäure wie in U.S. Patent 4,093,593 offenbart; Poly(ethylenisophthalat) wie in U.S. Patent 4,403,090 offenbart, überkritisches Kohlendioxid wie in U.S. Patenten 5,049,647 und 4,764,323 offenbart und Protonensäurekatalysatoren wie in U.S. Patenten 4,447,595 und 4,424,337 offenbart. Bevorzugte Acetaldehyd-Reduktionsmittel beinhalten Polyesteramide und aliphatische Polyesteramide. Eine Schneckensektion **28** sollte so gestaltet sein, dass die Additive mit dem Polymer gründlich gemischt werden. Die Verweildauer in dieser Sektion **28** sollte üblicherweise ungefähr 20 Sekunden oder weniger betragen. Die Gestaltung der Schnecken zum Einmischen eines geschmolzenen Additivs ist im Stand der Technik der Extrudergestaltung bekannt. Die Schnecke sollte so gestaltet sein, dass überschüssige Scherung minimiert wird, und die Zylinderheizanordnung und -steuerung sollte so gestaltet sein, dass übermäßige Wandtemperaturen minimiert werden und ein gleichförmiges Heizen erfolgt. Die Gesamtverweildauer in dem Extruder sollte eine Gesamtdauer von ungefähr 2 Minuten nicht überschreiten.

[0022] Eine Pumpe **32**, welche vorzugsweise eine Rotations-Zahnradpumpe ist, ist am Ende des Bereichs **28** angeordnet. Der Zweck dieser Zahnradpumpe **32** ist es, einen ausreichenden Druck bereitzustellen, um das Polymer durch Fließkanäle **34** zu drängen, welche zu einer oder mehreren Formvorrichtungen führen, wie beispielsweise jenen, die allgemein durch **4** und **6** dargestellt sind. Übliche Drücke an dem Ausfluss der Zahnradpumpe sollten im Bereich von ungefähr 7–21 MPa (ungefähr 1000–3000 psig) liegen. Die Verwendung einer Zahnradpumpe anstelle eines Schneckenpumpbereichs am Ende der Entgasungsextruderschnecke bietet den Vorteil von reduzierter Verweildauer und weniger Scherheizung des Polymers. Ebenfalls kann die Pumprate gleichförmig gehalten werden, ohne die Schneckengeschwindigkeit zu ändern, welche normalerweise mit einer konstanten Geschwindigkeit betrieben werden sollte und eingestellt sein sollte, um gutes Schäumen sowie eine hohe Effizienz der Acetylaldehydentgasung zu erhalten.

[0023] Das Polymer, das durch Zahnradpumpe **32** austritt, fließt durch Kanäle **34** über Schließventile **36** und **37** und pumpt die Schmelze kontinuierlich, um abwechselnd zwei Speicherbehälter **38** der Formvorrichtungen **4** und **6** zu füllen, wodurch die Einspritzvorrichtungen **42**, die mit diesen verbunden Gussformen **40** füllen, und eine Ladung zum Einspritzen ansammeln. Die Fließkanäle **34** der Zahnradpumpe **32** entladen Polymer in Speicherbehälter **38**, so dass die Verweildauer des Polymers minimal ist, vorzugsweise ungefähr 30 Sekunden oder weniger. Diese Kanäle **34** werden vorzugsweise gleichmäßig geheizt und bei einer Temperatur gehalten, welche die Schmelztemperatur des Polymers um nicht mehr als ungefähr 20°C überschreitet, und derart gestaltet, dass es keine „toten" Ecken für Polymer gibt, dass es sich dort sammeln und abbauen könnte. Der Einbau eines Absaugventils **44** mit Entladung bei Öffnung **46** ist zum Starten, Abschalten und während Vorgangsstörungen wünschenswert.

[0024] Während des Füllens des Behälters **38** der Formvorrichtung **6** ist das Sperrventil **36** geöffnet, und das mit der Formvorrichtung **4** verbundene Schließventil **37** ist geschlossen. Ebenfalls ist das Schließventil **48** zu der Form geschlossen. Während des Füllens zieht sich Kolben **42** auf Grund des Drucks, der von der Zahnradpumpe erzeugt wird, zurück, wodurch Behälter **38** ausgedehnt wird. Ist erst einmal eine vollständige Ladung in Behälter **38** angesammelt, schließt das Schließventil **36** zu Formvorrichtung **6**, und das Schließventil **37**, das mit Formvorrichtung **4** verbunden ist, öffnet sich, wodurch der Polymerfluss so geleitet wird, dass damit begonnen wird, Behälter **38** der Formvorrichtung **4** zu füllen. Ist das Schließventil **36** erst einmal geschlossen, öffnet sich das Schließventil **48** zu der Form von Vorrichtung **6**, und der Einspritzkolben **42** bewegt sich unter hydraulischem Druck von der hydraulischen Einspritzeinheit **50** nach vorne, um das geschmolzene Polymer in Form **40** einzuspritzen. Ventil **48** bleibt geöffnet, wobei der Kolben für eine kurze Zeitdauer in der vorderen Position bleibt, üblicherweise weniger als ungefähr 10 Sekunden, um ein Abkühlen und Erstarren des Polymers in der Form zu ermöglichen. Nach Ablauf dieser Dauer schließt Ventil **48**. Nach Ablauf

der zusätzlichen Formabkühlzeit, üblicherweise ungefähr 5 bis ungefähr 15 Sekunden, wird die Form von Vorrichtung **6** durch einen Schließmechanismus **52** geöffnet, die gegossenen Teile ausgeworfen, die Form wieder geschlossen, und hydraulischer Druck aufgebracht, um die Form in der geschlossenen Position zu halten. Während des Einspritzens, Formabkühlens und des Auswerfens von Teilen bei Formvorrichtung **6** tritt bei Formvorrichtung **4** ein Füllen des Behälters **38** und Zurückziehen des Kolbens **42** auf. Ist erst einmal eine vollständige Ladung bei Formvorrichtung **4** angesammelt, schließt das Schließventil **37**, und das Schließventil **36** an der Position öffnet sich wieder. Einspritzen, Formabkühlen und Auswerfen von Teilen geschieht bei Formvorrichtung **4** wie für Formvorrichtung **6** beschrieben, während der Behälter der Formvorrichtung **6** wieder gefüllt wird. Ein zentrales Steuergerät verbunden mit der Formmaschine ordnet alle oben beschriebenen Schritte in Reihenfolge. Details für die Gestaltung und den Betrieb von Formen, hydraulischen Schließvorrichtungen und Einspritzkolben sind im Stand der Technik der Spritzgießmaschinengestaltung bekannt.

[0025] Die Vorrichtung bietet die Fähigkeit, in einer kompakten Einheit den kontinuierlichen Fluss von geschmolzenem Polyester, welches üblicherweise von einem Endpolymerisationsreaktor entladen wird, aufzunehmen, durch Inertgasschäumen und Abziehen des Acetaldehyd auf einen geringen Wert wirksam zu reduzieren, wirksam jeglichen verbleibenden Acetaldehyd auszuspülen und geformte Gegenstände schnell zu gießen. Die Acetaldehydkonzentration in den fertigen gegossenen Gegenständen beträgt üblicherweisen weniger als 5 ppm und vorzugsweise weniger als 3 ppm.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Herstellung gegossener Gegenstände mit reduziertem Acetaldehydgehalt, welche aufweist:
A) einen Extruder (**2**), wobei der Extruder aufweist
a) einen walzenförmigen Zylinder (**10**) mit einer Vielzahl verbundener Bereiche (**16**, **20**, **22**, **26**, **28**) in Reihe entlang einer Innenseite des Zylinders (**10**), wenigstens einem Schneckenschaft (**12**) entlang der Innenseite des Zylinders (**10**) durch die Bereiche (**16**, **20**, **22**, **26**, **28**); sowie Mittel (**14**) zum Drehen des Schafts (**12**);
b) einem ersten Mischbereich (**16**) mit einem Einlass für geschmolzenes thermoplastisches Polymer (**8**) und einer Einspritzöffnung für Gas (**18**), wobei der erste Mischbereich (**16**) in der Lage ist, bei einem Druck von 7 bis 21 MPa (1000 bis 3000 psig) gehalten zu werden und Mittel aufweist, um ein geschmolzenes thermoplastisches Polymer und ein Gas zu mischen, um somit eine Mischung aus geschmolzenem Polymer und Gas zu bilden;
c) einen Druckminderungsbereich (**20**), der in der Lage ist, aus der Mischung aus geschmolzenem Polymer und Gas einen Schmelzschaum unter Bedingungen von gemindertem Druck in einem Entgasungsbereich (**22**) zu erzeugen, wobei der Entgasungsbereich (**22**) geeignet ist, auf einem Unterdruck gehalten zu werden und einen Vakuumgasabzug (**24**) aufweist, der in der Lage ist, Gas aus dem Schmelzschaum zu entfernen, um ein entgastes geschmolzenes Polymer bereit zu stellen;
d) Mittel zum Transportieren des entgasten geschmolzenen Polymers zu einem zweiten Mischbereich (**28**);
e) einen zweiten Mischbereich (**28**) mit einer Einlassöffnung (**30**), die zum Hinzufügen eines Acetaldehyd-Reduktors geeignet ist, und Mittel zum Mischen und Transportieren des geschmolzenen Polymers zu einem Auslass des Zylinders (**10**);
f) Mittel zum Pumpen (**32**) an dem Auslass des Zylinders (**10**), um das geschmolzene Polymer zu wenigstens einer Formvorrichtung (**4**, **6**) zu pumpen; und
B) wenigstens eine Formvorrichtung (**4**, **6**) in Polymer-Fließverbindung mit den Mitteln zum Pumpen (**32**), um kontinuierlich geschmolzenes Polymer von den Mitteln zum Pumpen zu erhalten, sowie Mittel zum Formen gegossener Gegenstände aus dem Polymer.

2. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, wobei die Mittel zum Pumpen (**32**) eine an dem Auslass des Zylinders (**10**) befestigte Zahnradpumpe aufweisen.

3. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, welche weiter ein Drosselventil (**36**, **37**) aufweist, das zwischen den Mitteln zum Pumpen (**32**) und der wenigstens einen Formvorrichtung (**4**, **6**) angeordnet ist.

4. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, wobei B) eine Vielzahl von Formvorrichtungen (**4**, **6**) in Polymer-Fließverbindung mit den Mitteln zum Pumpen aufweist, um kontinuierlich geschmolzenes Polymer von den Mitteln zum Pumpen zu erhalten und gegossene Gegenstände aus dem Polymer zu formen.

5. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, wobei jede Formvorrichtung (**4**, **6**) eine Form (**40**), einen Speicherbehälter (**38**), um das geschmolzene Polymer von den Mitteln zum Pumpen (**32**) zu erhalten, und einen Kolben (**42**), um geschmolzenes Polymer aus dem Speicherbehälter (**38**) in die Form (**40**) einzuspritzen, aufweist.

6. Vorrichtung gemäß Anspruch 5, welche weiter ein Drosselventil (**48**), das zwischen dem Speicherbehälter (**38**) und der Form (**40**) angeordnet ist, aufweist.

7. Vorrichtung gemäß Anspruch 4, wobei die Mittel zum Pumpen (**32**) eine an dem Auslass des Zylinders (**10**) befestigte Zahnradpumpe, eine Vielzahl an Drosselventilen (**36**, **37**), wobei ein Drosselventil zwi-

schen den Mitteln zum Pumpen (**32**) und jeder Formvorrichtung (**4**, **6**) angeordnet ist, aufweisen, wobei jede Formvorrichtung (**4**, **6**) eine Form (**40**), einen Speicherbehälter (**38**), um das geschmolzene Polymer von den Mitteln zum Pumpen (**32**) zu erhalten, einen Kolben (**42**), um geschmolzenes Polymer von dem Speicherbehälter (**38**) in die Form (**40**) einzuspritzen, und ein Drosselventil (**48**), das zwischen dem Speicherbehälter (**38**) und der Form (**40**) angeordnet ist, aufweist.

8. Verfahren zum kontinuierlichen Herstellen gegossener Gegenstände aus Polyester mit einem geringen Acetaldehydgehalt, welches in Reihenfolge aufweist:
a) Reagieren eines Polyester-Homopolymers oder Copolymer-Vorläufers in einem Reaktor unter Bedingungen, die ausreichend sind, um einen Strom aus geschmolzenem Polyester-Homopolymer oder Copolymer zu erzeugen;
b) Mischen des Stroms aus geschmolzenem Polyester mit einem Gasstrom, weicher im wesentlichen gegenüber dem Polyester inert ist, unter einem Druck von 7 bis 21 MPa (1000 bis 3000 psig), um dadurch eine Mischung aus geschmolzenem Polyester und Gas zu formen;
c) Reduzieren des Drucks auf Unterdruck, um somit ein geschäumtes geschmolzenes Polyester bereit zu stellen;
d) Entfernen des Gases aus dem geschäumten geschmolzenen Polyester, um somit ein entgastes geschmolzenes Polyester bereit zu stellen,
e) Hinzufügen eines Acetaldehyd-Reduktors zu dem entgasten geschmolzenen Polyester, um somit ein geschmolzenes Polyester mit einem Acetaldehydgehalt von weniger als 10 ppm bereit zu stellen;
f) Leiten des geschmolzenen Polymers in wenigstens eine Formvorrichtung, wodurch wenigstens ein gegossener Gegenstand mit einem Acetaldehydgehalt von weniger als 10 ppm bereit gestellt wird; und
g) Formen eines festen gegossenen Gegenstands aus der Mischung ohne Verfestigen des Polyesters, bevor der feste gegossene Gegenstand geformt wird.

9. Verfahren gemäß Anspruch 8, wobei der Druck aus Schritt c) geringer als 13,3 kPa (100 mmHg) ist.

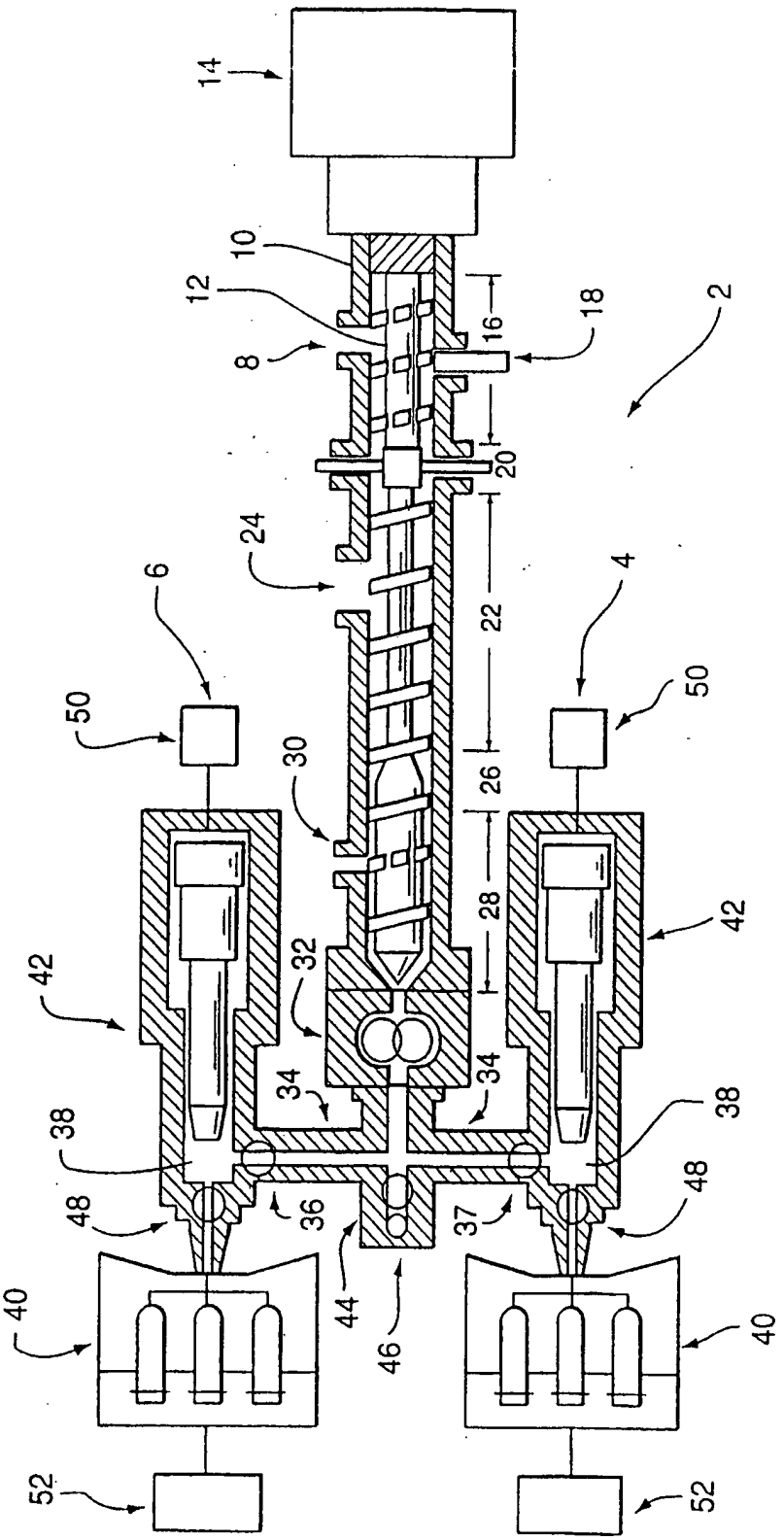
10. Verfahren gemäß Anspruch 8, wobei der Acetaldehyd-Reduktor aus der Gruppe gewählt ist, die aus Polyamiden, Polyesteramiden, Ethylendiamintetraessigsäure, alkoxylierten Polyolen, bis (4-β-Hydroxyethoxyphenyl)sulfon, Zeolithzusammensetzungen, 5-Hydroxyisophthalsäure, Poly(ethyleniosphthalat), überkritischem Kohlendioxid und Protonensäurekatalysatoren besteht.

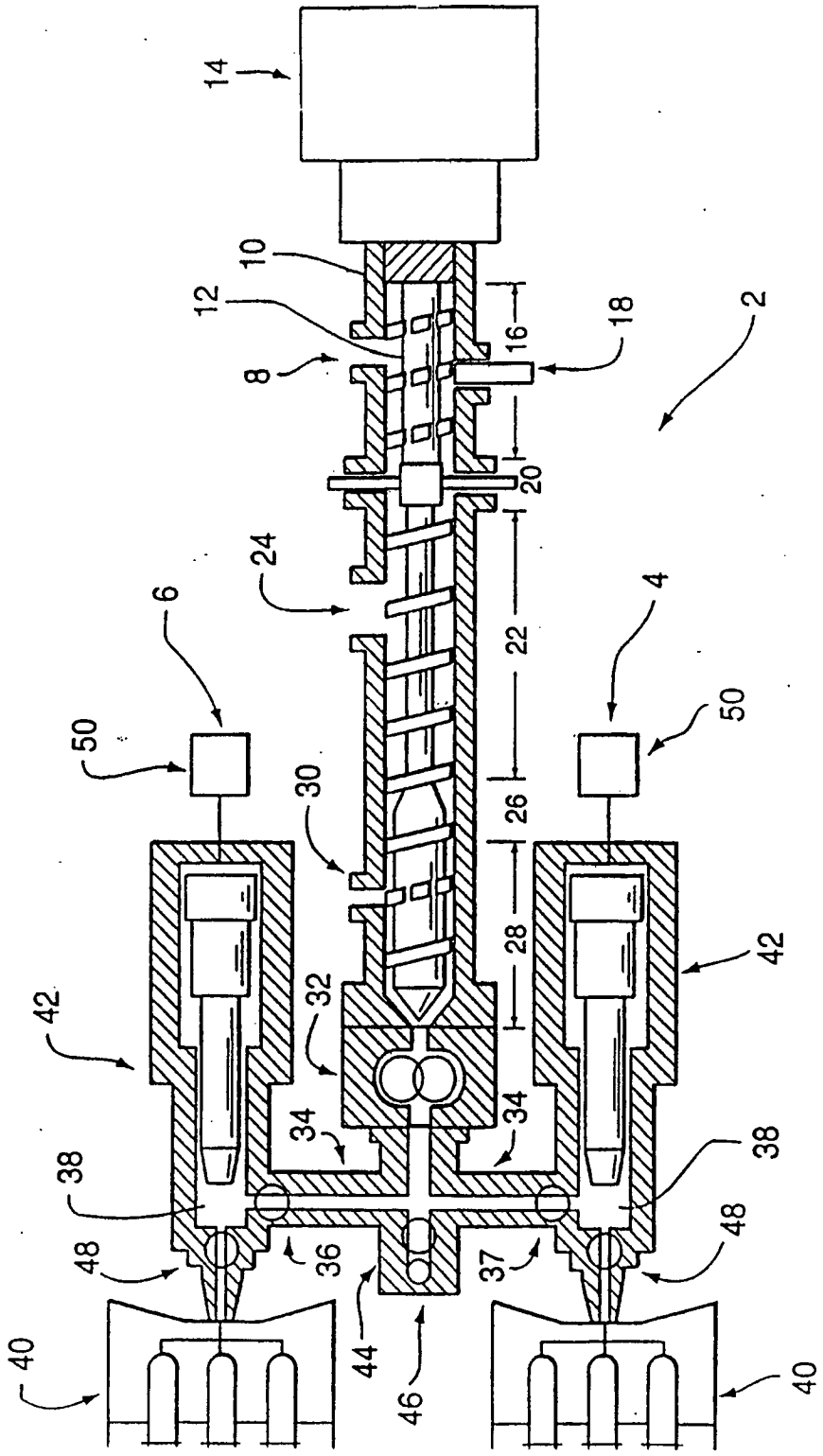
11. Verfahren gemäß Anspruch 8, wobei das geschmolzene Polyester bei einer Temperatur gehalten wird, die nicht mehr als 20°C über dem Schmelzpunkt des Polyesters liegt.

12. Verfahren gemäß Anspruch 8, wobei die gegossenen Gegenstände eine Acetaldehydkonzentration von nicht mehr als 5 ppm basierend auf dem Gewicht des geformten Gegenstands aufweisen.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen




14
10
12
8
16
18
2
20
24
6
4
22
50
50
30
26
28
42
42
32
34
34
38
38
48
48
36
37
40
40
44
46