



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 265 633**

51 Int. Cl.:
C08G 63/80 (2006.01)
C08G 63/78 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04701948 .4**
86 Fecha de presentación : **14.01.2004**
87 Número de publicación de la solicitud: **1590393**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **02.11.2005**

54 Título: **Método para la polimerización en estado sólido de poli(tereftalato de etileno).**

30 Prioridad: **15.01.2003 IT MI03A0048**

73 Titular/es: **VOMM CHEMIPHARMA S.R.L.**
Via San Tomaso, 7
20121 Milano, IT

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.02.2007

72 Inventor/es: **Cerea, Giuseppina**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.02.2007

74 Agente: **Arizti Acha, Mónica**

ES 2 265 633 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 la polimerización en estado sólido de poli(tereftalato de etileno).

Campo de aplicación

La presente invención se refiere, en general, a un método para la polimerización en estado sólido de poli(tereftalato de etileno) (PET), en particular de PET que proviene de desechos sólidos recogidos por separado, tales como por ejemplo botellas vacías de agua mineral y bebidas.

En particular, la invención se refiere a un método para obtener PET con una viscosidad intrínseca elevada y por tanto adecuado para usarse en procedimientos de extrusión y moldeo posteriores, partiendo de PET que tiene una viscosidad intrínseca sumamente variable y generalmente baja, tal como el de botellas que provienen de fracciones recogidas por separado.

En la actualidad, las botellas vacías y otros productos fabricados con PET que se recuperan con los desechos sólidos recogidos por separado, se someten a operaciones de lavado, troceado y molido, obteniendo un producto de polvo o copos más o menos finos, que entonces se añade, en un bajo porcentaje, a PET virgen en las mezclas de partida para la fabricación de botellas mediante métodos de extrusión convencionales. Sin embargo, funcionando de esta manera, las características de funcionamiento mecánicas de los vasos finales son peores que las de los vasos obtenidos partiendo sólo de PET virgen.

También se sabe que el PET fabricado mediante reacción de ácido tereftálico con etilenglicol y posterior polimerización tiene un grado insuficiente de polimerización para su uso en los procedimientos de extrusión de botellas y vasos similares. El grado de polimerización se evalúa midiendo la viscosidad intrínseca, que es, para el PET descargado de los reactores de polimerización, de aproximadamente 0,60-0,63 dl/g.

Con el fin de aumentar la viscosidad intrínseca y por tanto el grado de polimerización del PET, según la técnica conocida, se realiza entonces una polimerización en estado sólido llevada a cabo en estufas con nitrógeno a 220°C durante varias horas, según el valor de viscosidad intrínseca deseado.

Entonces se conoce un método para mejorar el PET de botellas vacías obtenidas a partir de recogidas separadas de desechos, a partir de ahora denominados, por cuestión de simplicidad, "PET usado" o "PET tras el consumo". Según este método conocido, el PET usado, ya lavado y molido, caracterizado por un valor de viscosidad intrínseca de aproximadamente 0,60-0,63 dl/g, se somete en primer lugar a una granulación. Los gránulos así obtenidos se someten entonces a una polimerización en estado sólido, que implica calentar los gránulos en estufas a temperaturas superiores a 200°C durante 12-20 horas en una atmósfera inerte.

Sin embargo, resulta claro que este método es bastante caro en cuanto al consumo de energía y tiempo e implica adicionalmente un funcionamiento discontinuo. Las desventajas de este método se han superado parcialmente por el método descrito en la solicitud de patente EP 0856537, que somete directamente el PET usado en polvo o copos a la polimerización en estado sólido, sin una etapa de granulación previa.

Según este método, que sin embargo comprende una etapa de calentamiento previo del PET en polvo

o copos y dos etapas de polimerización en estado sólido, se obtiene un PET con una viscosidad intrínseca promedio de al menos 0,85 dl/g partiendo de PET usado con una viscosidad intrínseca de 0,60-0,8 dl/g en aproximadamente 3,5 horas.

El método según el documento EP 0856537, aunque es más rápido que el método conocido, padece sin embargo la desventaja de proporcionar un funcionamiento discontinuo, dado que siempre implica el uso de estufas o aparatos similares.

Sumario de la invención

El problema que subyace en la presente invención es el de proporcionar un método para la polimerización en estado sólido de PET, en particular de PET usado, que puede llevarse a cabo más rápidamente que los métodos conocidos y que permite un funcionamiento continuo.

Este problema se resuelve, según la invención, mediante un método que comprende las etapas de:

-someter material de PET finamente dividido, que tiene una viscosidad intrínseca comprendida entre 0,60 y 0,80 dl/g, a calentamiento en una atmósfera inerte mientras fluye en forma de una capa delgada, turbulenta, dinámica, en contacto con una pared calentada hasta al menos 200°C, obteniendo un material de PET con una viscosidad intrínseca promedio superior o igual a 0,85 dl/g.

Puede usarse ventajosamente material de PET que proviene de desechos recogidos por separado, previamente molido, como el material de PET de partida.

Convenientemente, el método según la invención puede llevarse a cabo con la ayuda de un aparato denominado turbo-calentador, que comprende un cuerpo tubular cilíndrico, equipado con una camisa de calentamiento, cerrado en los extremos opuestos por placas de extremo, equipado con aberturas de entrada y salida y que tiene un rotor con paletas coaxial fijado de manera rotativa dentro del mismo. En este caso, el método según la invención comprende las etapas de:

alimentar una corriente continua de un material de PET finamente dividido, con una viscosidad intrínseca comprendida entre 0,60 y 0,80 dl/g, dentro del turbo-calentador anterior, cuya temperatura de pared es de al menos 200°C,

alimentar en corriente paralela dentro del turbo-calentador una corriente continua de un gas inerte,

someter la corriente de material de PET a la acción mecánica del rotor con paletas rotado a una velocidad de al menos 200 revoluciones por minuto, con la centrifugación posterior del material anterior contra la pared calentada, lo que determina una polimerización en estado sólido del material anterior, y el transporte del mismo hacia la abertura de salida,

descargar continuamente una corriente de un producto de PET que tiene una viscosidad intrínseca promedio de al menos 0,85 dl/g.

Preferiblemente, el gas inerte alimentado dentro del turbo-calentador es nitrógeno, posiblemente calentado.

La velocidad de rotación del rotor con paletas está comprendida preferiblemente entre 200 y 1.500 rpm.

La velocidad de flujo de la corriente de material de PET que entra dentro del turbo-calentador está comprendida generalmente entre 150 y 400 kg/h y la de la corriente de gas inerte entre 200 y 400 Nm³/h.

La temperatura de pared se mantiene preferiblemente a aproximadamente 240-260°C y el tiempo de residencia promedio del material de PET en el turbo-

calentador está comprendido generalmente entre 30 segundos y 2 minutos.

El material de PET finamente dividido usado en el método según la presente invención puede ser PET virgen no sometido aún a polimerización en estado sólido o puede obtenerse moliendo material de PET que proviene de desechos sólidos recogidos por separado.

Tal como puede observarse a partir de lo anterior, la principal ventaja ofrecida por el método según la invención con respecto a los de la técnica anterior se representa por tiempos considerablemente menores (minutos en lugar de horas) y la posibilidad de un funcionamiento continuo, con posterior aumento del rendimiento total por horas.

Además, en virtud del uso del turbo-calentador descrito anteriormente, el método según la invención se caracteriza por un consumo de energía extremadamente moderado.

Características y ventajas adicionales del método según la presente invención resultarán claras a partir de la descripción de una realización de la misma, facilitada a continuación en el presente documento a modo de ejemplo ilustrativo y no limitativo, con referencia al dibujo adjunto al presente documento, que muestra esquemáticamente un aparato para la puesta en práctica del presente método.

Descripción detallada

Haciendo referencia a este dibujo, el aparato usado para la polimerización de PET comprende un turbo-calentador T.

El turbo-calentador T (fabricado, por ejemplo, por la empresa VOMM Impianti e Processi di Rozzano (I-Milán)) comprende esencialmente un cuerpo 1 tubular cilíndrico cerrado en los extremos opuestos por placas 2, 3 de extremo y equipado con una camisa 4 de calentamiento coaxial a través de la cual debe fluir un fluido, por ejemplo, aceite diatérmico.

El cuerpo 1 tubular tiene una abertura 5 de entrada para el material de PET en polvo o copos y una abertura 6 de salida para el producto que se ha sometido al tratamiento de polimerización en estado sólido.

Dentro del cuerpo 1 tubular se fija rotativamente un rotor 7 con paletas. Las paletas 8 de este rotor están dispuestas helicoidalmente y orientadas de modo que centrifuguen y simultáneamente hagan avanzar hacia la salida el producto sometido al tratamiento. Un motor M hace rotar el rotor 7 a una velocidad comprendida entre 200 y 1.500 rpm, preferiblemente de 400-600 rpm.

Debido a razones técnicas contingentes, el turbo-calentador puede tener obviamente más de una

abertura de entrada.

Se alimenta continuamente una corriente de material de PET, en polvo o copos, usado con una viscosidad intrínseca comprendida entre 0,60 y 0,80 dl/g dentro del turbo-calentador T a través de la abertura 5 de entrada, de manera simultánea y en corriente paralela con una corriente de nitrógeno. El material de PET se centrifuga por las paletas del rotor, desde su entrada en el turbo calentador, contra la pared 9 interna calentada y se transporta simultáneamente hacia la abertura 6 de salida gracias a la orientación helicoidal de las paletas anteriores.

Gracias a la formación de una capa delgada, dinámica, turbulenta, tubular de material de PET, en la que las partículas de material absorben una gran cantidad de energía, tanto en forma de energía mecánica suministrada por la acción del rotor con paletas rotado a una alta velocidad, como en forma de calor administrado por la pared interna calentada del turbo-calentador T, el material de PET se somete, en unos pocos segundos o minutos, a una polimerización en estado sólido. Esta polimerización resulta ser de la misma entidad que la lograda mediante los métodos discontinuos de la técnica conocida, con una clara diferencia en cuanto a los tiempos de reacción.

Tras un tiempo de residencia en el secador de aproximadamente 30-120 segundos, se descarga continuamente un producto de PET que tiene una viscosidad intrínseca superior o igual a 0,85 y una temperatura generalmente superior a 200°C.

Ejemplo

Usando el aparato descrito anteriormente de manera esquemática y siguiendo el método de la invención, se alimentó un material de PET que provenía de desechos sólidos municipales recogidos por separado que, previamente molidos, lavados y secados y que tenían una viscosidad intrínseca de 0,60-0,65 dl/g, en un turbo-calentador T, con una velocidad de flujo de 300 kg/h, de manera simultánea y en corriente paralela con una corriente de nitrógeno, con una velocidad de flujo de 600 Nm³/h.

Se mantuvo la temperatura de la pared 9 a aproximadamente 250°C mientras que se mantuvo la velocidad de rotación del rotor 7 con paletas constante a 500 rpm.

Tras un tiempo de residencia promedio en el turbo-calentador T de 45 segundos, se descargaron continuamente una corriente de nitrógeno y una corriente de producto en polvo final (T^a = 200°C) dotado con una viscosidad intrínseca promedio de 0,90 dl/g.

REIVINDICACIONES

1. Método para la polimerización en estado sólido de PET, que comprende las etapas de:

- proporcionar un turbo-calentador T que comprende un cuerpo (1) tubular cilíndrico, cerrado en sus extremos opuestos por placas (2, 3) de extremo, equipado con una camisa (4) de calentamiento, con aberturas (5, 6) de entrada y salida y con un rotor (7) con paletas fijado de manera rotativa dentro del mismo,
- alimentar una corriente continua de un material de PET finamente dividido, con una viscosidad intrínseca comprendida entre 0,60 y 0,80 dl/g, en dicho turbo-calentador (T), cuya temperatura de pared (9) interna es de al menos 200°C,
- alimentar en corriente paralela dentro de dicho turbo-calentador (T) una corriente continua de un gas inerte,
- someter dicha corriente de material de PET a la acción mecánica de dicho rotor (7) con paletas rotado a una velocidad de al menos 200 rpm, con una centrifugación consiguiente del material anterior contra dicha pared (9) calentada, que provoca una polimerización en estado sólido de dicho material, y transporte del mismo hacia

dicha abertura de salida,

- descargar continuamente una corriente de un producto de PET que tiene una viscosidad intrínseca promedio de al menos 0,85 dl/g.

2. Método según la reivindicación 1, en el que dicho gas inerte es nitrógeno.

3. Método según la reivindicación 1 ó 2, en el que dicho rotor (7) con paletas rota a una velocidad comprendida entre 200 y 1.500 rpm.

4. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la velocidad de flujo de la corriente de material de PET que entra dentro del turbo-calentador (T) está comprendida entre 150 y 400 kg/h.

5. Método según la reivindicación 4, en el que la velocidad de flujo de la corriente de gas inerte está comprendida entre 200 y 400 Nm³/h.

6. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha temperatura de pared es de aproximadamente 240-260°C.

7. Método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tiempo de residencia promedio de dicho material de PET en el turbo-calentador (T) está comprendido entre 30 segundos y 2 minutos.

8. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que dicho material de PET finamente dividido se obtiene moliendo material de PET que proviene de desechos sólidos recogidos por separado.

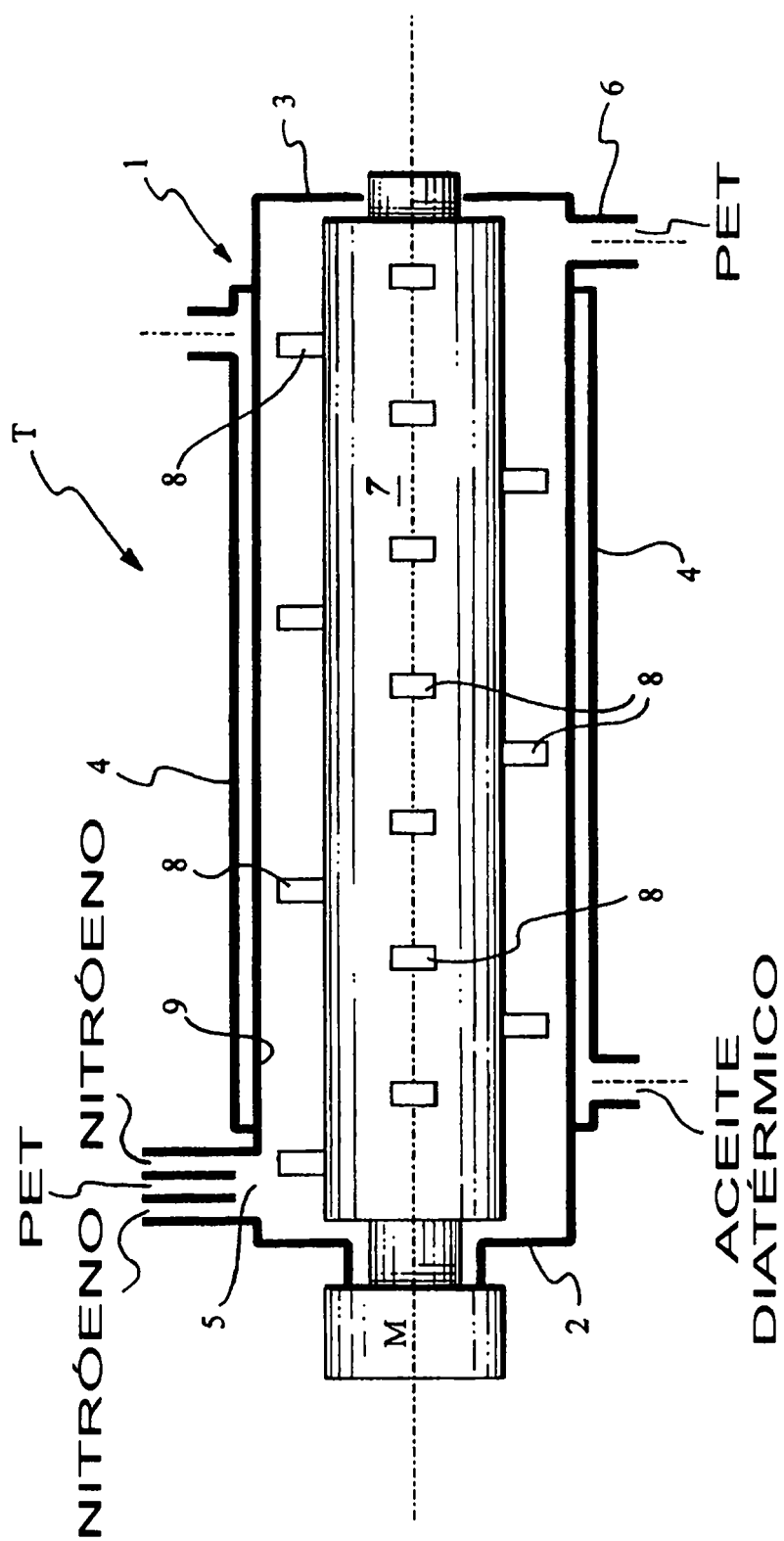


FIG. 1