

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
5. März 2009 (05.03.2009)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2009/027064 A2

- (51) **Internationale Patentklassifikation:**
B29B 9/16 (2006.01) *C08G 63/90* (2006.01)
- (74) **Anwalt:** PFENNING, MEINIG & PARTNER GBR;
Theresienhöhe 13, 80339 München (DE).
- (21) **Internationales Aktenzeichen:** PCT/EP2008/006934
- (81) **Bestimmungsstaaten** (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart*): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (22) **Internationales Anmeldedatum:**
22. August 2008 (22.08.2008)
- (25) **Einreichungssprache:** Deutsch
- (26) **Veröffentlichungssprache:** Deutsch
- (30) **Angaben zur Priorität:**
10 2007 040 135.5 24. August 2007 (24.08.2007) DE
- (71) **Anmelder** (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): UHDE INVENTA-FISCHER GMBH [DE/DE]; Holzhauser Strasse 157-159, 13509 Berlin (DE). BKG BRUCKMANN & KREYENBORG GRANULIERTECHNIK GMBH [DE/DE]; Hessenweg 3, 48157 Münster (DE).
- (84) **Bestimmungsstaaten** (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- (72) **Erfinder; und**
- (75) **Erfinder/Anmelder** (*nur für US*): SCHULZ-VAN EN-DERT, Eike [DE/DE]; Olafstrasse 85, 13467 Berlin (DE). HANIMANN, Kurt [DE/CH]; Pratval-Im Ried, Ch-7415 Rodels/Pratval (CH). BRUCKMANN, Theodor, Anton [DE/DE]; Brookkämpe 5, 48268 Greven-Gimbte (DE).
- Veröffentlicht:**
— *ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts*

(54) **Title:** METHOD FOR THE PRODUCTION OF POLYESTER GRANULES LOW IN HYDROLYSIS MADE OF HIGH-VISCOSITY POLYESTER MELTS, AND DEVICE FOR THE PRODUCTION OF THE POLYESTER GRANULES

(54) **Bezeichnung:** VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON HYDROLYSEARMEN POLYESTER-GRANULATEN AUS HOCHVISKOSEN POLYESTER-SCHMELZEN SOWIE VORRICHTUNG ZUR HERSTELLUNG DER POLYESTER-GRANULATE

(57) **Abstract:** The present invention relates to a method for the continuous production of polyester granules low in hydrolysis made of high-viscosity polyester melts, characterized in that the decrease in the degree of polycondensation from the polyester melt to the polyester granule is less than 2%. The invention further relates to a polyester granule produced by said method, and to a device for the production of the granule.

(57) **Zusammenfassung:** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von hydrolysearmen Polyester-Granulaten aus hochviskosen Polyester-Schmelzen, das sich dadurch auszeichnet, dass der Abfall des Polykondensationsgrades ausgehend von der Polyester-Schmelze zum Polyester-Granulat weniger als 2 % beträgt. Die Erfindung betrifft weiterhin ein Polyester-Granulat, das mit diesem Verfahren hergestellt wird, sowie eine Vorrichtung zur Herstellung des Granulates.

WO 2009/027064 A2

Verfahren zur Herstellung von hydrolysearmen Polyester-Granulaten aus hochviskosen Polyester-Schmelzen sowie Vorrichtung zur Herstellung der Polyester-Granulate

5

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von hydrolysearmen Polyester-Granulaten aus hochviskosen Polyester-Schmelzen, das sich dadurch auszeichnet, dass der Abfall des Polykondensationsgrades ausgehend von der Polyester-Schmelze zum Polyester-Granulat weniger als 2 % beträgt. Die Erfindung betrifft weiterhin ein Polyester-Granulat, das mit diesem Verfahren hergestellt wird, sowie eine Vorrichtung zur Herstellung des Granulates.

15

Zur Herstellung von Polyester-Granulaten, insbesondere PET (Polyethylenterephthalat), sind eine Reihe von Verfahren entwickelt worden, die das schmelzflüssige Polymer aus einer Düse pressen und die erhaltenen

20

„Strands“ dann in einem Wasserbad so abgekühlt werden, dass diese erstarren, dann mittels einer Schneideinrichtung zu zylinderförmigen Chips zerschnitten, danach weiter auf 50 °C bis 60 °C abgekühlt und anschließend nach Entfernen der Transportwassermenge in einem Zentrifugaltrockner oder anderem Trockengerät oberflächentrocken behandelt werden. Diese Chips sind dann für eine Nachbehandlungsvorrichtung zur Erhöhung der Viskosität bereit, die zu-

5

10

meist aus mehreren Stufen, z. B. Kristallisatoren und einem oder mehreren Reaktoren besteht und unter Inertgas bei bis zu 220 °C betrieben wird.

Ein weiteres Verfahren, dass sich mehr und mehr auch für PET durchsetzt, ist das „die-face“-cutting oder auch Heißabschlag genannt. Es unterscheidet sich darin, dass die Düse, aus der das Polymer herausgepresst wird, in direktem Kontakt mit der Schneid- und Wasserkammer steht, wobei ein Kreislauf-Wasserstrom beständig die durch eine einfache an den Düsenlöchern vorbeilaufende Messerkrone erzeugten „Pellets“ runder bis ovaler Form wegbefördert, wobei die Schmelzwärme entzogen wird und eine Unterkühlung der „Pellets“ stattfindet. Das Chips/Wassergemisch wird getrennt und das Oberflächenwasser wird in einer Rührzentrifuge entfernt, so dass man am Ende transportfähig vorgetrocknetes Granulat erhält.

15

20

25

Dieses Verfahren wurde verbessert im Hinblick auf eine Nutzung der inneren Wärme des Polymers zur Kristallisation des Polyesters, indem die Abkühlung der Schmelze unterhalb des Schmelzpunktes bei Temperaturen von 100 °C bis 190 °C unterbrochen wird. In diesem Bereich setzt die Kristallisation ein und es werden durch Nachschaltung einer horizontalen Kristallisationsrinne Kristallisationsgrade von > 38 % er-

30

35

reicht, die ausreichen, um ein Verkleben der Chips (Agglomeration) bei höheren Weiterverarbeitungstemperaturen, z.B. in einer Trocknung oder Nachkondensationsanlage zu vermeiden. Andererseits können die noch heißen „Pellets“ weiter bei konstanter Temperatur zur weiteren Trocknung und Ausgasung von störenden Reaktionsnebenprodukten der Polyester in einem Lagerbehälter über einige Stunden bei leichter Durchströmung mit einem Schleppgas, z.B. Luft oder einem Inertgas, weiter getempert werden. Hierdurch kann ein bereits verkaufsfähiges Resin-Produkt erzeugt werden. Der Einsatz solcher Einrichtungen hat sich für die weitere konventionelle Herstellung von PET bewährt.

Aus der WO 03/042278 A1 ist weiterhin ein entsprechendes Verfahren zur Herstellung von hochmolekularem Polyester bekannt. Diese PET-Produkte haben aufgrund der großen Kettenlänge eine besondere Anfälligkeit für hydrolytischen Abbau unter bestimmten Randbedingungen, wie hoher Temperatur bei gleichzeitiger Anwesenheit von Wasser oder Wasserdampf oder auch langer Lagerzeit bei einwirkender Feuchte. Es hat sich dabei gezeigt, dass bei einem intensiven Kontakt der Schmelze mit heißem Wasser unter Bildung von Wasserdampf mit einer starken Hydrolyse zu rechnen ist, die den Polykondensationsgrad innerhalb weniger Minuten um bis zu 20 % reduziert.

Für eine neue Technologie, die ausgehend von hochviskoser Schmelze, ohne Einsatz einer energetisch und intensiv aufwändigen Nachkondensation ein Fertigprodukt direkt liefert, das vergleichbar und qualitativ besser ist als das konventionell erzeugte Polyester-Granulat/Pellets, sind Nachteile sichtbar, die eine industrielle Verwendung erschweren. Insbesondere sind folgende Mängel zu beobachten:

1. schnelle Hydrolyse in Wasserdampfatosphäre bereits im Vortrockner,
2. mangelhafte Kontrolle der Kristallisation,
- 5 3. hohe Wasserverluste durch Verdampfung,
4. Steuerbarkeit der nachfolgenden isothermen Trocknung,

Ausgehend hiervon ist es Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein verbessertes Verfahren anzugeben, bei dem möglichst ein hydrolytischer Abbau des Polykondensationsgrades von direkt hergestellten Polyestergranulaten vermieden wird. Das Granulat soll weiterhin einen niedrigen Gehalt an Acetaldehyd (AA-Gehalt) aufweisen.

Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein entsprechendes Granulat anzugeben und eine Vorrichtung zur Durchführung eines derartigen Verfahrens.

Die Aufgabe bezüglich des Verfahrens wird durch die kennzeichnenden Merkmale des Patentanspruches 1, in Bezug auf das Granulat durch die Merkmale des Patentanspruches 21 und betreffend die Vorrichtung durch die Merkmale des Patentanspruchs 30 gelöst. Die Unteransprüche zeigen vorteilhafte Weiterbildungen auf.

Erfindungsgemäß wird nach Patentanspruch 1 vorgeschlagen, das Verfahren dadurch zu optimieren, dass der Heißabschlag bei Wassertemperaturen von 70 °C bis 95 °C und einem Flottenverhältnis von 8 bis 12:1 durchgeführt wird. Wesentlich dabei ist, dass die Flotte bis zum Eintritt in den Vortrockner erhalten bleibt und das Kreislaufwasser im Vortrockner innerhalb von < 10 sec abgeschieden wird. Es hat sich nun

gezeigt, dass unter Einhaltung dieser Verfahrensbedingungen ein Polyester-Granulat bzw. Pellets gewonnen werden können, dessen Polykondensationsgrad weniger als 2 % unterhalb des Polykondensationsgrades der hochviskosen Schmelze liegt. Da nun mit dem erfindungsgemäßen Verfahren Polyester-Granulate bzw. Pellets mit einem wie vorstehend genannten hohen Polykondensationsgrad gewonnen werden können, ist es möglich, diese direkt für eine Flaschen- und Folienanwendung weiter zu verwenden, ohne zwischengeschaltete Einrichtungen zur Viskositätserhöhung, womit Abkühlen der Granulate/Pellets, Zwischenlagerung, Wiedererwärmen und langfristiges Tempern bei hoher Temperatur sowie aufwändige Inertgaskreisläufe und erneutes Abkühlen verbunden sind.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren wird von einer mit einer kontinuierlichen Polykondensationsanlage erzeugten Polyester-Schmelze, bevorzugt einer PET-Schmelze, mit einem Polykondensationsgrad von 132 bis 165, bevorzugt bis zu 162 ausgegangen. Derartige Verfahren zur Herstellung von hochviskosem Polyester sind an und für sich im Stand der Technik bekannt. Siehe hierzu die bereits erwähnte WO 03/042278 A1.

Überraschenderweise hat es sich nun gezeigt, dass mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lediglich ein Abbau des Polykondensationsgrades auf Werte von weniger als 2 %, bevorzugt auf Werte von kleiner als 1,5 %, bezogen auf den Polykondensationsgrad der hochviskosen Schmelze erfolgt. Beim erfindungsgemäßen Verfahren ist besonders darauf hinzuweisen, dass eine übliche Wasservorabscheidung, zur Entlastung des Vortrockners, des Transportwassers aus der Zufuhrleitung von der Schneideinrichtung zum Vortrockner nicht die zu erwartende Verringerung der Hydrolyse ergab, d.h. der

sich bildende Wasserdampf wirkte erheblich stärker auf die heiße Oberfläche der Pellets/Granulate ein, als eine kühlende Wasserschicht. Es ist dabei wichtig, um den Effekt zu erreichen, dass das Flottenverhältnis, also das Verhältnis Wasser zu Pellets/Granulat, auf ein Flottenverhältnis von 8 bis 12:1 eingestellt wird und dass die Wassertemperatur beim Heißabschlag im Bereich von 80 °C bis 90 °C liegt. Hieraus ergaben sich nur geringe Hydrolyseeffekt-Unterschiede, die im Streubereich der Analytik anzusiedeln sind. Beim erfindungsgemäßen Verfahren kommt soweit der Vortrocknung entscheidende Bedeutung zu. Es hat sich gezeigt, dass bei Einhaltung der Bedingungen des Anspruchs 1 ein Polyester-Zwischengranulat nach der Vortrocknung erhalten wird, das eine Restfeuchte von < 200 ppm und > 100 ppm aufweist.

Bevorzugt wird beim erfindungsgemäßen Verfahren PET (Polyethylenterephthalat) hergestellt.

Als entscheidende Kriterien für eine minimalisierte Hydrolyse stellen sich folgende technischen Merkmale heraus:

1. keine Vorentwässerung vor dem Trockner,
2. schnelle Abfuhr des Transportwassers im Trockner innerhalb von < 10 sec.,
3. schnelle Entfernung des Oberflächenwassers innerhalb von 30 s bis 2 Minuten.
4. geringe Verdampfung von in die Polymerstruktur eindiffundiertem Restwasser bei fortschreitender Trocknung und dessen effiziente Abfuhr mittels trockener vorgewärmter Luft im Gegenstrom aus dem nachgeschalteten Auffangsilos,
5. Kondensation des Wasserdampf/Luftgemisches in einem nachgeschalteten Sprühkondensator, dessen

Wasser dem Transportwasserkreislauf entnommen, gekühlt und nach Filtrierung in den Hauptkreislauf zurückgeführt wird.

- 5 6. Kontrolle der Spülluft hinsichtlich Menge und Taupunkt der zwischen $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ liegen sollte, in der Haupttrocknung zur weiteren Entfernung von Wasser und sonstigen flüchtigen Beiprodukten des Polyesters.

10 Die Erfindung betrifft auch das nach dem vorstehend beschriebenen Verfahren hergestellte Granulat, bevorzugt aus PET. Das Granulat nach der Erfindung, das mit dem vorstehend beschriebenen Verfahren hergestellt wird, zeichnet sich insbesondere dadurch aus,
15 dass sein Polykondensationsgrad weniger als 2 %, bevorzugt weniger als 1,5 %, bezogen auf den Polykondensationsgrad des hochviskosen Polyester-Harzes beträgt. Weitere wesentliche Merkmale, die das erfindungsgemäße Granulat kennzeichnen, sind der Kristallisationsgrad von kleiner 38 % (Dichtmessmethode),
20 ein Leichtsiederanteil (z.B. AA, MDO etc.) kleiner 1 ppm, bevorzugt 0,5 bis 0,9 ppm, sowie eine ausgezeichnete Farbe, die je nach Spezifikation einen Gelbwert b^* (CIELAB) von -1 bis -3 aufweist. Das Granulat nach der Erfindung zeichnet sich weiterhin da-
25 durch aus, dass sein Wasseranteil kleiner 100 ppm ist und dass das Granulatkorngewicht kleiner 25 g, bevorzugt $< 15\text{ g}$ beträgt. Es ist weiterhin überraschend, dass das hergestellte Granulat einen sehr niedrigen
30 Gehalt an Acetaldehyd (AA-Gehalt) von $< 0,8\text{ ppm}$ aufweist. Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Granulates ist, dass dessen spezifische Oberfläche $> 1,4\text{ m}^2/\text{kg}$, bevorzugt 1,6 bis $1,8\text{ m}^2/\text{kg}$ ist. Das Granulat nach der Erfindung ist damit für alle Anwendungen
35 der Verpackungsindustrie ausgezeichnet geeignet und bietet durch seine niedrige Kristallinität zu-

sätzliche Vorteile bei der Flaschenherstellung, die insbesondere eine niedrige Wiederaufheiztemperatur ermöglicht und dadurch die erneute Bildung von niedrig siedenden Abbauprodukten des Polyesters reduziert und die Geschwindigkeit der Herstellung von Preforms erhöht. Es werden auch keine „High-Melts“ in den Preforms festgestellt, die bei herkömmlichen Verfahren während einer Festphasenkondensation entstehen können, da in dem neuen Verfahren keine oder nur marginale Erhöhung der Viskosität wegen der beschriebenen Niedrigtemperaturbehandlung erfolgt.

Die Erfindung betrifft dann weiterhin eine Vorrichtung zur Herstellung von Polyester-Granulat, bevorzugt PET-Granulat, aus einer hochviskosen Polyester-Schmelze mit einem Polykondensationsgrad von 132 bis 165. Die Vorrichtung zeichnet sich insbesondere dadurch aus, dass der Vortrockner als Rührzentrifuge ausgebildet ist. Der Ausbildung der Rührzentrifuge in Form eines Konus, wobei die Zentrifugenzarge von der Basis aus nach oben konisch oder gestuft aufgeweitet ist, kommt entscheidende Bedeutung zu. Neben der Ausbildung des Vortrockners als Rührzentrifuge ist bei der Vorrichtung weiterhin wesentlich, dass im weiteren Prozessverlauf eine spezifisch ausgebildete Trocknungs-/Entgasungsvorrichtung verwendet wird. Die Trocknungs-/Entgasungsvorrichtung der Erfindung zeichnet sich besonders dadurch aus, dass sie in Form eines vertikalen zylindrischen Behälters ausgebildet ist und dass der Behälter in eine Zone gleicher Temperatur und eine Abkühlzone aufgeteilt ist.

Die Erfindung wird nachfolgend durch die Figuren 1 und 2 näher beschrieben.

Figur 1 zeigt dabei ein Fließschema des Gesamtprozesses und

Figur 2 zeigt die Trocknungs-/Entgasungsvorrichtung.

5

Der Gesamtprozess ist in Figur 1 dargestellt. Der Ablauf betrifft die Herstellung von PET.

10

Die hochviskose Schmelze wird mittels einer Dosierpumpe 2, die einen Druck von > 80 bar bis 200 bar aufbauen kann, durch eine beheizte Düsenplatte 3 gepresst (Unterwassergranulierung unter mindestens 1 bar Überdruck mit einer Wassereintrittstemperatur von mindestens 70 °C, bevorzugt 80-95 °C). Ein eng an dieser laufender Schneidmesserkrans schält die Schmelze von jedem Loch der Düsenplatte ab, wodurch sich runde oder ovale Körner (Pellets) ausbilden, die durch eine intensive Wasserumspülung an der Oberfläche amorph erstarren. Die Wasserkammer steht unter leichtem Überdruck und das Flottenverhältnis beträgt zwischen 8 und 12:1. Das Pellet/Wassergemisch gelangt über eine kurze Rohrleitung tangential in den Vortrockner 5, der als Rührzentrifuge ausgebildet ist, wobei die Wasserabscheidung im unteren Bereich stattfindet und die Pellets im oberen Bereich austreten.

15

20

25

30

35

Hier hat sich gezeigt, dass im Unterschied zum herkömmlichen Verfahren es darauf ankommt, das Flottenverhältnis innerhalb weniger Sekunden Verweildauer im Vortrockner 5, d.h. im unteren Fünftel desselben das Wasser so vollständig wie möglich zu entfernen, gegen „Null“ zu fahren, um einerseits den weiteren Wärmeentzug aus den Pellets durch das Wasser und andererseits den Oberflächenwasserfilm auf den Pellets so zu minimalisieren, dass durch das verdampfende Wasser weder Hydrolyse noch Unterkühlung der Pellets aus dem

Arbeitsbereich von 120 °C bis 180 °C auftritt.
Gleichzeitig wurde gefunden, dass das Verhältnis von
Pellets zu verdampftem Wasser in kg/kg nur in engen
Grenzen von 100:1 bis 20:1 liegen darf, um die be-
5 schriebenen nachteiligen Ergebnisse zu vermeiden.

Der neuen Trocknerkonfiguration wurden diese Prämissen zugrunde gelegt. Insbesondere der Eingabebereich der Flotte ist so gestaltet, dass die Rühr-/Förderwendel, die in Form einer offenen Schnecke ausgeführt
10 sind, zusätzliche Leitelemente in Form eines Blatt- oder Turbinenrührers erhalten.

Hierdurch wird die fluide Masse der Flotte an die Peripherie des Rührers bewegt und kann so mühelos und extrem schnell durch die dort zylindrische, gelochte Zentrifugenzarge abgeführt werden, wobei Lochgröße und Anzahl zu beachten sind. Des Weiteren wird zur
15 Abscheidung des Oberflächenwassers eine Reduktion der Schichtdicke vorgenommen, indem die bis dato zylindrische Zentrifugenzarge nach oben konisch oder gestuft zylindrisch ausgeführt wird, wodurch sich die Fliehkräfte kontinuierlich erhöhen und dementsprechend die Schichtdicke des Wassers auf den Pellets
20 abnimmt. Der Zentrifugal/Förderrührer wird der Durchmesserzunahme stetig angepasst, so dass die Schichtdicke (Kuchen) mit größer werdendem Durchmesser abnimmt. Hierbei spielt auch der Abstand der Rühr-/Förderblätter zur Siebzarge eine erhebliche Rolle
25 zur maximalen Wasserabscheidung. Sowohl Wasser als auch sich bildender Dampf können so leicht nach außen durch den Siebkonus abgeführt werden. Ein weiterer Vorteil des Konus ist die vermehrt zur Verfügung stehende Siebfläche, die den Durchtritt von Wasser und
30 Dampf erleichtert. Es hat sich in Versuchen gezeigt, dass ein Verhältnis Eingabedurchmesser (unten):Aus-

wurfdurchmesser (oben) von 0,75 bis 0,6 den besten Effekt der Wasserabscheidung erzeugt bei gleichzeitiger Minimalisierung der Dampfbildung.

5 Erstaunlicherweise wurde auch gefunden, dass die erste Kristallisation auf < 10 % bereits im Vortrockner 5 bei Temperaturen oberhalb der Glasumwandlungspunktes (70-80 °C) stattfindet. Wiederholte Tests ergaben, dass dann keine sonst für PET übliche Agglomeration mehr feststellbar war. Die Notwendigkeit einer
10 weiteren Kristallisation, z.B. auf einer Schwingrinne, ist dadurch nicht mehr erforderlich. Ein einfaches, isoliertes Klassiersieb 6 zur Abscheidung von Überlängen genügt, um den weiteren Ablauf der Diffusion und Trocknung von Leichtsiedern des PET zu be-
15 werkstelligen.

 Als weiteres wesentliches Element ist ein Einspritzkondensator 9 zu nennen, welcher den Wasserhaushalt
20 des Gießwasserkreislaufes optimiert, so dass es zu weniger Abschlammverlusten und Wasserverlusten des durch Rückwärts-Osmose kostspielig aufbereiteten Wassers kommt.

25 Der Einspritzkondensator 9 wird direkt dem Vortrockner 5 nachgeschaltet, um den unvermeidlich entstehenden Wasserdampf im Trockner auf weniger als 1/10 zu reduzieren. Aus der Massen/Energiebilanz ergab sich, dass z.B. bei einem Pelletdurchsatz von 12.000 kg/h
30 eine Dampfmenge von 600 kg/h erzeugt wurde. Von dieser konnten nun 530 kg/h zurückgewonnen werden. Da der Einspritzkondensator im Seitenstrom des Haupt-Gießwasserkreislaufes angeordnet ist, konnte damit gleichzeitig die Temperaturregelung des letzteren,
35 dem eine hohe Bedeutung beim „die-face-cutting“ zukommt, gelöst werden.

Um zuverlässig erhöhte Hydrolyse zu vermeiden, hat es sich erstaunlicherweise gezeigt, dass das Spülen mit trockener auf 140 °C bis 180 °C vorgewärmter Luft (Heizer 10) durch das nachfolgende Sammelgefäß 7 und durch Leiten dieses Luftstromes in Gegenrichtung zum Pelletfluss durch das Klassiersieb 6 und den Vortrockner 5, dessen Feuchte auf ca. + 10 °C Taupunkt eingestellt wird, notwendig für ein gleichmäßig kristallisierendes und vorgetrocknetes Produkt ist, das den Anforderungen an die Qualität entspricht. Hierzu wird die in das Sammelgefäß 7 einströmende Luftmenge in Abhängigkeit vom Taupunkt am Eintritt der Luft in den Trockner 5 so geregelt, dass eine Restfeuchte der Pellets von < 200 ppm, vorzugsweise > 100 ppm, am Austritt erreicht wird. Der Transfer der heißen Chips in ein Verweilsilo 8 erfolgt dann mittels der gleichen vorgewärmten, trockenen Luft, wobei eine „high-density“-Förderung bevorzugt ist, die das Kugelgranulat schonend ins Silo befördert.

Erstaunlicherweise hat sich gezeigt, dass ein weiteres Heruntertrocknen zu diesem Zeitpunkt der weiteren Entgasung der Pellets von Leichtsiedern entgegensteht. Es wurde gefunden, dass die geringen in der Polyester-Struktur vorhandenen Wassermengen einen Schleppeffekt für die um eine Potenz geringeren Leichtsieder Acetaldehyd, Methyldioxolan und andere Abbauprodukte des PE haben und somit der beschleunigte Austritt dieser Stoffe mit Hilfe des Restwasseranteils gesteuert werden kann. Es wurde eine zeitliche Reduktion der Ausgasungsprozedur um etwa 30 % bis 40 % gegenüber den herkömmlichen Verfahren gefunden.

Das Entgasungsteil des Silos 8 wird mit kalter Luft durchströmt, wobei diese einen geregelten Taupunkt

zwischen -10 °C und -40 °C aufweist. Die Luftmenge wird dabei über einen Regler 15 so eingestellt, dass die aus den Pellets diffundierenden, unter den genannten Temperaturbedingungen gasförmigen, Beiprodukte abgeführt werden. Das Verhältnis Pelletmenge zu Luftmenge wird in optimaler Weise auf 5 bis 25 angesetzt. Die Zuführung der Luft erfolgt etwa bei Raumtemperatur, aber unterhalb der zulässigen Pelletablauf-
5 temperatur von 50 °C , wobei die Verteilung der Luft unterhalb einem in das Silo integrierten Chips/Wasser-Rohrwärmetauscher zur Kühlung der Chips auf Verpackungstemperatur angeordnet ist. Der Luft-
10 eintritt selbst wird mittels Doppelkonus ausgeführt. Der Chipskühler sorgt für eine weitere Verbesserung der Verteilung der geringen Luftmenge, die im Gegenstrom durch die Pelletsäule perlt. Aufgrund der geringen Luftmenge, die eine im Verhältnis zur Masse der Pellets geringe Enthalpie besitzt, wird im Silo 8 ein Temperaturgleichgewicht eingestellt, das den Tem-
15 perprozess nicht behindert. Bereits wenige Dezimeter oberhalb des Chipskühlers steht die Temperatur der Chipssäule im Gleichgewicht mit dem vorgesehenen Temperaturprofil der Entgasung.

25 Vorteilhaft wird die Spül-/Förderluft von einem Konti-Lufttrockner-System erzeugt. Als energiesparende Variante kann auch die Abluft des Silos für die Spülung des Sammelbehälters und Vortrockners sowie für die Förderluft und für die Regeneration des Luft-
30 trocknersystems verwendet werden.

Figur 2 zeigt in vergrößerter Darstellung im Schnitt die Ausbildung des Verweil-/Entgasungssilos 8. Das Verweil-/Entgasungssilo 8 ist dabei in Form eines
35 senkrechten zylinderförmigen Gehäuses ausgebildet. Das Silo 8 ist dabei in zwei Zonen unterteilt, und

zwar in eine Zone gleicher Temperatur 9 und in eine Abkühlzone 10. Der Wärmetauscher der Kühlzone ist dabei als ein Rohrbündel 15 mit totflächenfreier Bearbeitung an seiner Oberseite ausgebildet. Wesentlich
5 beim Verweil-/Entgasungssilo 8 ist dabei, dass die freie Fläche der Wärmetauscherrohre zur Behälterfläche mit 1:4 bis 1:6 bemessen wird und das L/D-Verhältnis des Wärmetauschers mindestens 1,2:1 beträgt. Die Einführung der trockenen Luft unterhalb
10 des Rohrbündels des Wärmetauschers wird dabei durch einen ringförmigen Spalt, der durch einen Doppelkonus erzeugt wird, durchgeführt. An der Oberseite des Behälters ist ein Heißgasaustritt 16 vorgesehen. Zur Überwachung des Temperaturprofils kann das Verweil-
15 /Entgasungssilo 8 mindestens 3 Messstellen über die gesamte Zylinderhöhe aufweisen, die vorzugsweise zentral, nahe der Behältermittellinie angeordnet sein können (nicht abgebildet). Ein weiteres Kennzeichen des Verweil-/Entgasungssilos 8 ist es, dass der zylindrische Teil des Behälters mit einer aktiven Iso-
20 lierung, z.B. einer elektrischen Beheizung, Halbrohrschlangen o.ä., ausgestattet ist.

25

Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur direkten Herstellung von hydrolysearmem Polyester-Granulat aus einer hochviskosen Polyester-Schmelze mit einem Polymerisationsgrad (PG) von 132 bis 165, bei dem die Schmelze nach einem Heißabschlagsverfahren einer Vortrocknung und Trocknung/Entgasung unterzogen
10 wird, dadurch gekennzeichnet, dass die Schneidephase im Heißabschlagsverfahren bei Wassertemperaturen von 70 bis 95 °C erfolgt und ein Flottenverhältnis (Verhältnis Wasser zu Pellets/Granulat) von 8 bis 12:1 eingehalten wird,
15 wobei die Flotte vollständig bis zum Eintritt in die Vortrocknung erhalten bleibt und das Kreislaufwasser im Vortrockner innerhalb von < 10 Sekunden abgeschieden wird.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass 99 % des Kreislaufwassers im Vortrockner abgeschieden werden.
- 25 3. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass als Vortrockner eine Rührzentrifuge eingesetzt wird, deren Zentrifugenzarge von der Basis aus nach oben konisch oder abgestuft zylindrisch ausgebildet ist und dass das Kreislaufwasser im unteren Fünftels des Vortrockners entfernt wird.
- 30 4. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass bei der Vortrocknung im Temperaturbereich von 120 °C bis 180 °C gearbeitet wird.

5. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Taupunkt bei der Vortrocknung im Vortrockner auf 8 bis 12 °C mittels einer Spülluftmenge aus einem nachgeschalteten Auffangbehälter geregelt wird.
6. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Vortrocknung so geführt wird, dass ein Kristallisationsgrad von mindestens 5 % erreicht wird, so dass die Agglomeration von Granulaten verhindert wird.
7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Vortrocknung so geführt wird, dass eine Austrittsfeuchte der Pellets/des Granulates aus der Vortrocknung von < 200 ppm erreicht wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass eine Verweildauer im Wasser vom Heißabschlag bis zum Eintritt in die Vortrocknung von < 1 Sekunde eingehalten wird.
9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen Vortrocknung und Trocknung/Entgasung eine Klassierung mit einem Klassiersieb durchgeführt wird.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweildauer auf dem Klassiersieb maximal 30 Sekunden beträgt.

- 5 11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10,
dadurch gekennzeichnet, dass das Granulat nach
der Klassierung vor der Trocknung/Entgasung in
einem Sammelbehälter mit temperierter, trockener
Luft, gespült wird.
- 10 12. Verfahren nach Anspruch 11,
dadurch gekennzeichnet, dass im Sammelbehälter
eine maximale Verweildauer von 8 Minuten ein-
gehalten wird, wobei die temperierte/getrocknete
Luftmenge zur Feuchteregelung des Vortrockners
verwendet wird.
- 15 13. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1
bis 12,
dadurch gekennzeichnet, dass das Granulat vom
Sammelbehälter zur Trocknung in ein Temper-
/Kühlsilo mittels einer Heißluftförderung ver-
bracht wird.
- 20 14. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1
bis 13,
dadurch gekennzeichnet, dass die Trocknung in
einem aktiv isolierten Temper-/Kühlsilo durchge-
führt wird, wobei ein kombiniertes Trocknen und
Kühlen erfolgt.
- 25 15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14,
dadurch gekennzeichnet, dass das Trocknen über 6
bis 12 Stunden bei 150 bis 180 °C, bevorzugt bei
160 bis 175 °C, und das Kühlen über 0,5 bis 1,5
Stunden abnehmend auf 50 °C durchgeführt wird.
- 30 16. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1
bis 15,
dadurch gekennzeichnet, dass die Brüden aus der
Vortrocknung in einem Mischkondensator niederge-
schlagen werden, dessen Kühlmedium aus einem

Teilstrom des Hauptwasserkreislaufes entnommen und dessen Mischkondensat zur Temperaturregelung des Hauptwasserkreislaufes verwendet wird.

- 5 17. Verfahren nach Anspruch 16,
dadurch gekennzeichnet, dass das Mischungsverhältnis Teilstrom zu Hauptstrom ein Verhältnis von 1:4 bis 1:6 aufweist.
- 10 18. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 13 bis 17,
dadurch gekennzeichnet, dass die Aufbereitung der trockenen Luft auf Taupunkte von -10 °C bis -40 °C erfolgt.
- 15 19. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 13 bis 19,
dadurch gekennzeichnet, dass die im Temper-/Kühlsilo eingeleitete Luft mit einer maximalen Temperatur von 40 °C im Verhältnis von 1:5 bis 1:10 eine quasi laminare Verteilung durch den Kühler erfährt.
- 20 20. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 19,
dadurch gekennzeichnet, dass PET (Polyethylenterephthalat) hergestellt wird.
- 25 21. Polyester-Granulat, hergestellt nach einem Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 20,
dadurch gekennzeichnet, dass sein Polykondensationsgrad maximal 2 % kleiner als der der hochviskosen Schmelze und sein Kristallisationsgrad
30 < 38 % (Dichtemessmethode) ist.
22. Polyester-Granulat nach Anspruch 20,
dadurch gekennzeichnet, dass der Polykondensati-

onsgrad maximal 1,5 % kleiner als der der hochviskosen Schmelze ist.

- 5
23. Polyester-Granulat nach Anspruch 21 oder 22, dadurch gekennzeichnet, dass es einen Leichtsiederanteil < 1 ppm aufweist.
24. Polyester-Granulat nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, dass der Leichtsiederanteil 0,5 bis 0,9 ppm ist.
- 10
25. Polyester-Granulat nach mindestens einem der Ansprüche 21 bis 24, dadurch gekennzeichnet, dass das Granulat einen Gelbwert b* (CIELAB) von -1 bis -3 aufweist.
- 15
26. Polyester-Granulat nach mindestens einem der Ansprüche 21 bis 25, dadurch gekennzeichnet, dass es einen Wassergehalt von < 100 ppm, bevorzugt < 50 ppm aufweist.
- 20
27. Polyester-Granulat nach mindestens einem der Ansprüche 21 bis 26, dadurch gekennzeichnet, dass es ein mittleres Granulatkorngewicht von < 25 mg besitzt.
28. Polyester-Granulat nach Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, dass das Granulatkorngewicht < 15 mg ist.
- 25
29. Polyester-Granulat nach mindestens einem der Ansprüche 21 bis 28, dadurch gekennzeichnet, dass es ein PET (Polyethylenterephthalat) ist.
- 30
30. Vorrichtung zur direkten Herstellung eines hydrolysearmen Polyester-Granulats aus einer hochviskosen Polyester-Schmelze mit einem Polymerisationsgrad (PG) von 132 bis 165, umfassend ei-

nen Heißabschlag, einen Vortrockner sowie eine Trocknungs-/Entgasungsvorrichtung, dadurch gekennzeichnet, dass der Vortrockner als Rührzentrifuge ausgebildet ist, wobei die Zentrifugenzarge von der Basis aus nach oben konisch bzw. gestuft zylindrisch aufgeweitet ist.

5

31. Vorrichtung nach Anspruch 30, dadurch gekennzeichnet, dass der Konus ein Verhältnis Eingabedurchmesser:Auswurfdurchmesser von 0,75 bis 0,6 aufweist.

10

32. Vorrichtung nach Anspruch 30 oder 31, dadurch gekennzeichnet, dass die Rührzentrifuge einen tangentialen Einlauf für die Flotte aufweist.

15

33. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 30 oder 32, dadurch gekennzeichnet, dass der Eingangsbereich so gestaltet ist, dass die Rühr-/Förderwendel in Form einer offenen Schnecke ausgeführt ist.

20

34. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 30 bis 33, dadurch gekennzeichnet, dass zusätzlich Leitelemente in Form eines Blatt- oder Turbinenrührers vorhanden sind.

25

35. Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 30 bis 35, dadurch gekennzeichnet, dass dem Vortrockner eine Klassiereinrichtung nachgeschaltet ist.

30

36. Vorrichtung nach Anspruch 35, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen Klassiereinrichtung und Trocknungs-/Entgasungsvorrichtung ein Sammelbehälter mit einem Lufteintritt im Gegenstrom zum Granulat angeordnet ist.

37. Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 30 bis 36, dadurch gekennzeichnet, dass die Trocknungs-/Entgasungsvorrichtung in Form eines senkrecht stehenden zylindrischen Behälters mit einer Temperzone und einer Kühlzone ausgebildet ist.
38. Vorrichtung nach Anspruch 37, dadurch gekennzeichnet, dass die Kühlzone einen Wärmetauscher aufweist, dessen Rohrbündel mit totalflächenfreier Bearbeitung an seiner Oberseite ausgestaltet ist.
39. Vorrichtung nach Anspruch 38, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmetauscher im Gegenstrom zum Granulat durch konditionierte Luft spülbar ist.
40. Vorrichtung nach Anspruch 38 oder 39, dadurch gekennzeichnet, dass die freie Fläche der Wärmetauscherrohre zur Behälterfläche 1:4 bis 1:6 ist.
41. Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 38 bis 40, dadurch gekennzeichnet, dass das L/D-Verhältnis des Wärmetauschers mindestens 1,2:1 beträgt.
42. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 38 bis 41, dadurch gekennzeichnet, dass die Einführung der trockenen Luft unterhalb des Rohrbündels des Wärmetauschers durch einen ringförmigen Spalt, der durch einen Doppelkonus erzeugt wird, erfolgt.
43. Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 37 bis 42, dadurch gekennzeichnet, dass an der Oberseite

des zylindrischen Behälters der Trocknungs-/Entgasungsvorrichtung ein Heißgasaustritt angeordnet ist.

5 44. Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 37 bis 43, dadurch gekennzeichnet, dass zur Überwachung des Temperaturprofils mindestens drei Messstellen über die gesamte Zylinderhöhe angeordnet sind.

10 45. Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 37 bis 44, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens der zylindrische Teil des Behälters mit einer aktiven Isolierung, z.B. einer elektrischen Beheizung, Halbrohrschlangen, etc. ausgestattet ist.

15

FIG. 1

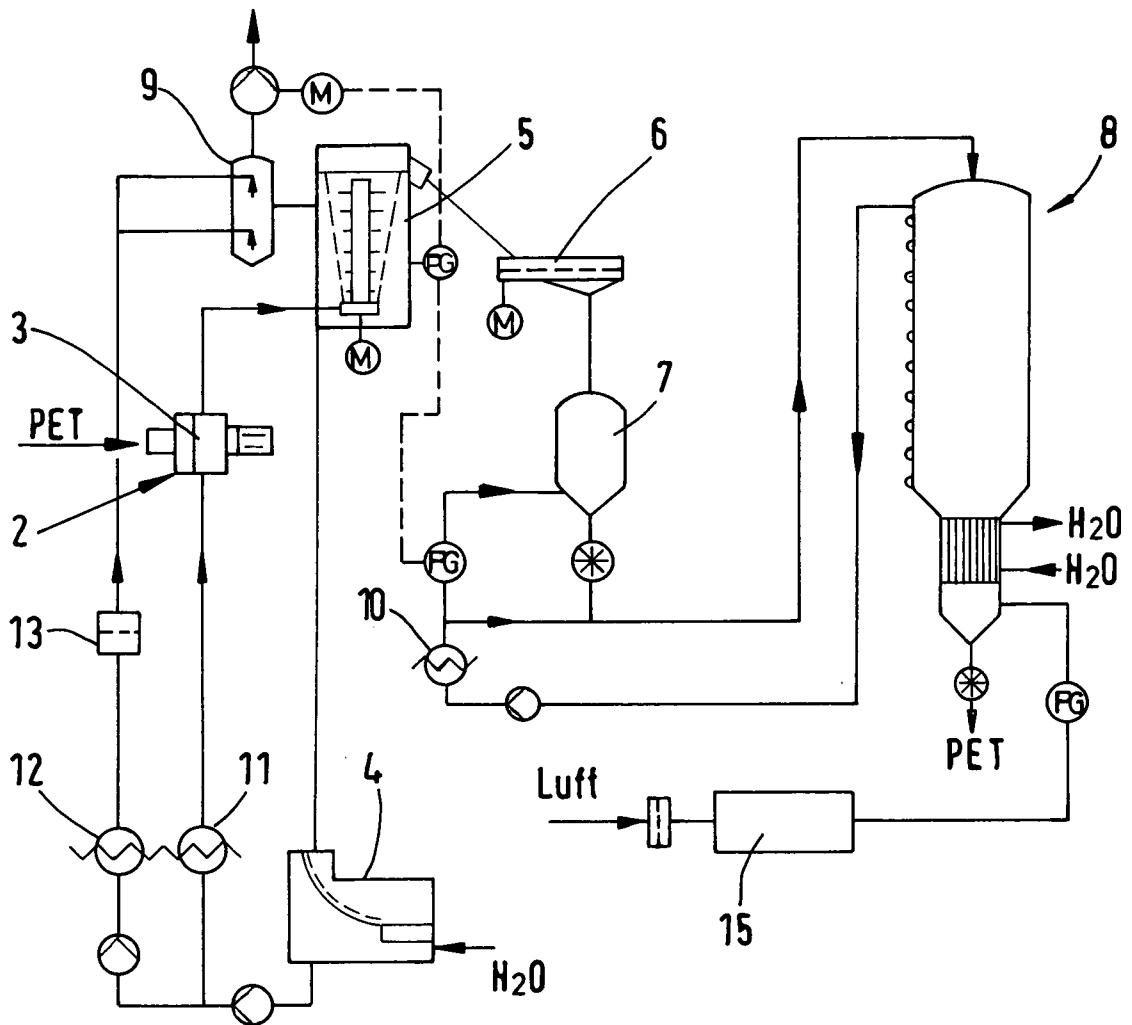


FIG. 2

