



10 ES	11 21	NUMERO 468790	10 A1
	22	FECHA DE PRESENTACION 13-4-78	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

50 PRIORITYS. 51 NUMBER	52 DATE	53 COUNTRY
787.605	14-4-77	ESTADOS UNIDOS

47 DATE OF PUBLICATION	51 INTERNATIONAL CLASSIFICATION C07C; C08F; D01F	62 PATENT OF WHICH THIS IS DIVISIONARY
------------------------	---	--

64 TITLE OF THE INVENTION MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN PROCESO CONTINUO DE ESTERIFICACION DIRECTA Y POLIMERIZACION.
--

71 APPLICANT(S) E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.
--

DOMICILIO DEL SOLICITANTE Wilmington, Delaware - ESTADOS UNIDOS.

72 INVENTOR(S) ROBERT RAY EDGING y LIEN-MOW LEE.

73 OWNER(S)

74 REPRESENTATIVE D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU.
--

1

RESUMEN

Se describe un proceso continuo para la esterificación directa de ácido tereftálico con etilenglicol, seguida de la polimerización a baja presión en un polimerizador continuo y en un polimerizador acabador para producir poliéster adecuado para hilarse en estado licuado en hilo para usos textiles. Los vapores procedentes de los polimerizadores se condensan en condensadores de pulverización para recuperar glicol líquido, que se recicla a la reacción de esterificación directa. El funcionamiento eficiente de los condensadores de pulverización a presiones absolutas de menos de 60 milímetros de mercurio se consigue por la adición de etilenglicol sustancialmente seco para disminuir el contenido de agua del condensado usado en las pulverizaciones.

15

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a un proceso continuo de esterificación directa y polimerización para producir poliéster fibrógeno a partir de etilenglicol y ácido tereftálico. La invención se refiere más particularmente a la recuperación y reutilización continua de etilenglicol vaporizado en la reacción de polimerización.

Procesos continuos para la esterificación directa de ácido tereftálico con etilenglicol se describen en la Patente estadounidense de Leybourne III número 3.590.072, la Patente estadounidense de Lewis y otros número 3.676.485, la

25

1 Patente estadounidense de Balint y otros, número 3.697.579 y la
Patente estadounidense de Chapman y otros, número 3.927.982.
El éster tereftálico se convierte después en un poliéster de
elevado peso molecular por polimerización de condensación en
5 condiciones de presión absoluta baja. La Patente estadounidense
de Higgins número 3.506.622 ilustra un proceso en el que el
éster de tereftalato pasa continuamente desde la reacción de
esterificación a un prepolimerizador, en el que se produce una
polimerización inicial a aproximadamente desde 250° a 285°C y
10 presiones absolutas de desde aproximadamente 5 a 60 milímetros
de mercurio, y el prepolímero formado pasa a un polimerizador
final en el que se realiza más polimerización a temperaturas
similares pero a una presión inferior de desde aproximadamente
0,5 a 10 milímetros de mercurio para producir poliéster para
15 su extrusión en fibras o filamentos. La Patente de Higgins
afirma que el etilenglicol recuperado a partir de la polimeri-
zación puede usarse directamente en la reacción de esterifica-
ción directa sin efectos perjudiciales.

En un proceso continuo del tipo anterior, durante
20 la polimerización se forman vapores que constan primariamente
de etilenglicol pero que también contienen desde aproximadamente
2 a aproximadamente 35 por ciento por peso de vapor de agua.
Es importante recuperar el etilenglicol para su reutilización.
Los vapores procedentes de los recipientes de polimerización
25 pueden condensarse y reciclarse para usarse en la alimentación

1 a la reacción de esterificación directa sin quitar el agua. Sin
embargo, se requiere un proceso muy eficiente para condensar
los vapores, porque la capacidad y la eficiencia de los medios
de bombeo de vacío para mantener la presión baja usada en la
5 polimerización depende de la carga de los vapores no condensados.

RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención es una mejora para recuperar
y reutilizar continuamente etilenglicol a partir de los vapores
de polimerización en un proceso continuo de esterificación di-
10 recta y polimerización del tipo en el que una alimentación de
etilenglicol y ácido tereftálico en proporciones molares de
desde 1,5 a 4,0 (preferiblemente desde 1,8 a 3,0) de glicol a
1,0 de ácido tereftálico se calienta en el producto de reacción
a desde aproximadamente 280° a 315°C, preferiblemente a una
15 presión aproximadamente atmosférica para esterificar el ácido
tereftálico y formar un producto de reacción de éster que tiene
un grado medio de polimerización de desde 2 a 10, el producto
de éster se calienta a desde 250° a 300°C y presión absoluta
baja en un polimerizador continuo para formar un prepolímero,
20 y el prepolímero se calienta a desde 270° a 305°C y presión
absoluta sustancialmente inferior en un polimerizador acabador
para formar un polímero para hilarse en filamentos. La mejora
de esta invención comprende:

(a) conducir los vapores de etilenglicol y agua des-
25 de el polimerizador continuo a un condensador de pulverización

1 a la presión del polimerizador, pulverizar los vapores con etilenglicol líquido que contiene menos de 10 (preferiblemente desde 2 a 7) por ciento por peso de agua para condensar sustancialmente todos los vapores, combinar el condensado con etilenglicol líquido que contiene menos de 3 por ciento por peso de
5 agua para formar etilenglicol líquido, que contiene menos de 10 (preferiblemente desde 2 a 7) por ciento por peso de agua, para usarse al pulverizar los vapores y para reaccionar con ácido tereftálico para formar el producto de reacción de éster;

10 (b) conducir los vapores de etilenglicol y agua desde el polimerizador acabador a un condensador de pulverización a la presión del polimerizador acabador, pulverizar los vapores con etilenglicol líquido que contiene menos de 3 por ciento por peso de agua para condensar sustancialmente todos los vapores,
15 combinar el condensado con etilenglicol líquido que contiene menos de 1 por ciento por peso de agua para formar etilenglicol líquido, que contiene menos de 3 por ciento por peso de agua, para usarse al pulverizar los vapores y para combinarse con el condensado producido en el sistema condensador (a), añadiéndose
20 se el glicol que contiene menos de 1 por ciento por peso de agua a una velocidad de desde aproximadamente 0,4 a 1,15 moles de glicol por mol de tereftalato de etileno en el polímero producido; y

(c) transferir continuamente etilenglicol líquido
25 desde el sistema condensador acabador (b) al sistema (a), y des-

1 de el sistema (a) a la reacción de esterificación, a veloci-
dades determinadas por la velocidad a la que se usa etilenglicol
en la reacción de esterificación.

5 El etilenglicol líquido que contiene menos de 1 por
ciento por peso de agua que se usa en el sistema condensador
acabador (b) será generalmente glicol virgen, es decir, glicol
que no se ha usado previamente y que generalmente tiene menos
de 0,1 por ciento de agua.

Los aditivos usuales pueden incorporarse en el polí-
10 mero. Estos se añaden preferiblemente a la alimentación al po-
limerizador continuo, como una suspensión o solución de aditi-
vo en etilenglicol que contenga menos de 1 por ciento por peso
de agua. Una pasta de deslustrante TiO_2 en etilenglicol que
contenga menos de 1 por ciento por peso de agua se mezcla pre-
15 feriblemente con el producto de éster antes de alimentar el
producto de éster al polimerizador continuo, siendo la veloci-
dad de la adición de glicol al producto de éster de desde apro-
ximadamente 0,25 a 0,60 moles de glicol por mol de tereftala-
to de etileno en el polímero producido. La velocidad total de
20 la adición de etilenglicol al producto de éster y al condensa-
dor acabador puede ajustarse a aproximadamente 1 mol de glicol
por mol de tereftalato de etileno en el polímero producido. La
pasta de TiO_2 mezclada con el producto de éster puede incluir
uno o más aditivos adicionales, por ejemplo, inhibidores de co-
25 lor, modificadores de teñibilidad, materiales colorantes, o adi-

1 tivos de entrecruzamiento.

 El proceso se realiza preferiblemente de forma que
el etilenglicol se recicle a la reacción de esterificación desde
los sistemas condensadores polimerizadores a una velocidad de
5 desde aproximadamente 0,75 a 1,50 moles de glicol por mol de
tereftalato de etileno en el polímero producido.

BREVE DESCRIPCION DEL DIBUJO

 El dibujo es una representación de flujo diagramática
para indicar el aparato usado en el proceso de esta invención.

10

DESCRIPCION DETALLADA

 Como se muestra en el dibujo, ácido tereftálico se
suministra desde el depósito 10 por el alimentador de tornillo
12 al depósito mezclador 14. Etilenglicol se suministra al de-
pósito mezclador desde el depósito de glicol 16 a una velocidad
15 del orden de 1,5 a 4,0 (preferiblemente desde 1,8 a 3,0) moles
de glicol por 1,0 moles de ácido tereftálico. Los reactivos se
mezclan para formar una pasta por el mezclador 18 que se acciona
por el motor 20. La bomba de pasta 22 alimenta la pasta al reac-
tor de esterificación directa 24, que puede ser del tipo des-
20 crito en la Patente estadounidense de Chapman y otros, número
3.927.982. Los reactivos se calientan en el producto de reac-
ción a desde aproximadamente 280° a 315°C y a presión aproxima-
damente atmosférica para esterificar el ácido tereftálico y
formar un producto de reacción de éster que tiene un grado me-
25 dio de polimerización de desde 2 a 10. Los vapores de reacción

1 se conducen a un sistema de recuperación de glicol 26, que puede ser cualquier equipo adecuado para quitar del glicol agua y productos secundarios orgánicos de la reacción, y el glicol recuperado se recicla al depósito de glicol 16.

5 El producto de reacción de éster líquido se retira continuamente del reactor y se bombea por el conducto de transferencia 28 al polimerizador continuo 30 por la bomba de relleno 32. Aditivos de los tipos indicados más adelante pueden mezclarse con el producto de reacción de éster que pasa por el conducto de transferencia. Para este fin, una pasta o solución de 10 uno o más aditivos en etilenglicol se introduce en el conducto de transferencia a una velocidad determinada por el paso del producto de reacción de éster por la bomba dosificadora 34. Un mezclador 36 y un engrosamiento 38 que tiene un tiempo de re- 15 tención de 1 a 10 minutos se usan para incorporar completamente los aditivos. Preferiblemente se usa una cantidad de etilenglicol que facilite una velocidad de adición de glicol de desde aproximadamente 0,25 a 0,60 moles de glicol por mol de tereftalato de etileno en el polímero producido. Los aditivos que pueden introducirse son los siguientes:

- a. Deslustrantes tales como TiO_2 .
- b. Catalizadores de polimerización tales como glicolato de antimonio, óxido de antimonio, y compuestos de titanio.
- c. Inhibidores de color tales como ácido fosfórico 25 y trifenilfosfita.

1 d. Modificadores de teñibilidad tales como 1,3-
dihidroxietil-5-(sulfo sódico)-isofталato, dihidroxietiladipato,
dihidroxietilglutarato, ácido adípico y ácido glutárico.

5 e. Materiales colorantes tales como pigmentos, coloran-
tes, agentes abrillantadores fluorescentes y agentes de tonali-
dad de color cobalto.

 f. Compuestos de entrecruzamiento tales como trimetil-
olpropano.

 Compuestos de mejora de viscosidad tales como tetra-
10 kis(2-hidroxietil)silicato pueden añadirse al prepolímero prepa-
rado subsiguientemente.

 El polimerizador continuo 30 puede ser un prepolime-
rizador ascendente del tipo descrito en la Patente estadounidense
se de Vodonik número 2.727.882. La alimentación asciende a la
15 columna polimerizadora por la válvula de retenida 40 y el ca-
lentador 42, que mantiene una temperatura en el orden de 250°
a 300°C. El prepolímero que tiene una viscosidad relativa (HRV)
de desde aproximadamente 5 a 8 se separa cerca de la parte su-
perior de la columna y pasa por el conducto de transferencia
20 44 al polimerizador acabador 46, que puede ser del tipo descri-
to en la Patente estadounidense de Kilpatrick número 3.248.180.
El recipiente acabador se calienta para mantener una temperatura
del orden de 270° a 305°C. El polímero que tiene una viscosi-
dad relativa (HRV) de desde aproximadamente 12 a 29 se separa
25 por la bomba de tornillo 48 para hilarse en filamentos textiles.

1 El proceso puede realizarse para producir polímero de viscosidad
relativa más elevada para hilarse en filamentos industriales.

Los vapores procedentes del polimerizador continuo
30 pasan desde la parte superior de la columna por el conducto
5 de vapor 50 al condensador 52. Los vapores contienen etilengli-
col, aproximadamente desde 2 a 35 por ciento por peso de agua,
aproximadamente desde 1 a 4 por ciento por peso de materiales
orgánicos que forman sólidos a temperaturas inferiores, y peque-
ñas cantidades de otras impurezas orgánicas. El condensado proce-
10 dente de los vapores fluye al depósito de condensación 54 donde
se combina con etilenglicol que contiene menos de 3 por ciento
por peso de agua para formar una mezcla que contiene menos de
10 (preferiblemente desde 2 a 7) por ciento por peso de agua
para usarse como pulverización en el condensador. La bomba 57
15 suministra la mezcla a la parte superior del condensador por el
conducto 58 y el refrigerador 60. Para operar a las presiones
deseadas, la mezcla de pulverización enfriada deberá estar a
una temperatura inferior a 60°C, y preferiblemente inferior a
50°C. La mezcla enfriada se pulveriza sobre los vapores en el
20 condensador por la cabeza pulverizadora 61. El conducto de va-
cío 62 conduce a medios de bombeo de vacío (no mostrados) para
mantener el condensador y el polimerizador continuo en una pre-
sión absoluta de desde 5 a 60 milímetros de mercurio (0,67 a
8,0 kPa). Una pulverización de glicol que contiene desde 2 a
25 7 por ciento por peso de agua es muy eficiente al condensar los

1 los vapores para minimizar la carga sobre los medios de bombeo de vacío. La pulverización también evita que se depositen sólidos sobre las superficies que producirían atascos.

Los vapores procedentes del polimerizador acabador
5 46 pasan desde el recipiente acabador por el conducto de vapor 64 al condensador 66. El condensado procedente de los vapores fluye al depósito de condensación 68 donde se combina con etilenglicol que contiene menos de 1 por ciento por peso de agua, procedente del conducto de glicol 70, para formar una mezcla
10 que contiene menos de 3 por ciento por peso de agua para usarse como pulverización en el condensador. El bajo contenido de agua es necesario porque la presión en el recipiente acabador y su condensador 66 es menor que en el recipiente polimerizador continuo y su condensador 52. La bomba 72 suministra la mezcla a
15 la parte superior del condensador 66 por el conducto 74 y el refrigerador 76. Para operar a las presiones deseadas, la mezcla enfriada deberá estar a una temperatura inferior a 60°C, y preferiblemente inferior a 50°C. La mezcla enfriada se pulveriza sobre los vapores en el condensador por la cabeza pulverizadora
20 78. El conducto de vacío 80 conduce a medios de bombeo de vacío (no mostrados) para mantener el condensador y el polimerizador acabador a una presión absoluta de desde 0,5 a 10 milímetros de mercurio (0,07 a 1,3 KPa) que también es menor que la presión del polimerizador continuo.

25 Etilenglicol líquido que contiene menos de 3 por cien-

1 to por peso de agua fluye desde el depósito de condensación
del acabador 68 al depósito de condensación 54 por el conducto
82. Etilenglicol líquido que contiene menos de 10 (preferible-
mente desde 2 a 7) por ciento por peso de agua se transfiere
5 desde el depósito de condensación 54 al depósito de glicol 16
por el conducto 58, la bomba de reciclar 84 y el conducto 86.
La velocidad de transferencia se determina por la velocidad a
la que el etilenglicol procedente del depósito de glicol 16 se
usa en la reacción de esterificación. La velocidad de transfe-
10 rencia se controla por la válvula 88, que puede ser una válvula
automática convencional accionada por el dispositivo detector
de nivel 90. La velocidad de la adición de glicol al depósito
de condensación del acabador 68 se determina igualmente por el
nivel del líquido en el depósito de condensación 54.

15 El etilenglicol líquido que contiene menos de 1 por
ciento por peso de agua usado en el sistema condensador acabador
deberá añadirse a una velocidad de desde aproximadamente 0,4
a 1,15 moles de glicol por mol de tereftalato de etileno en el
polímero producido. El proceso se realiza preferiblemente de
20 forma que el etilenglicol se recicle a la reacción de esteri-
ficación desde los sistemas condensadores polimerizadores a una
velocidad de desde aproximadamente 0,75 a 1,50 moles de glicol
por mol de etilenglicol en el polímero producido.

Ejemplo

25 Usando el aparato del tipo mostrado en el dibujo,

1 1.200 libras (545 kg) por hora de ácido tereftálico se reaccio-
nan con etilenglicol para formar oligómero que tiene una visco-
sidad relativa (HRV) de 2,8, que se bombea por un conducto de
transferencia que conduce a un polimerizador continuo. Glicol
5 virgen y aditivos se inyectan al oligómero de la siguiente ma-
nera:

(a) 38,2 libras (17,3 kg) por hora de glicol que con-
tiene 1 por ciento por peso de catalizador de polimerización
10 Sb_2O_3 .

(b) 16,4 libras (7,45 kg) de glicol que contiene 20
por ciento de deslustrante TiO_2 , y

(c) 54,3 libras (24,6 kg) de glicol para reaccionar
con grupos finales de carboxilo libre.

El oligómero, glicol y aditivos pasan por un mezcla-
15 dor a una presión de 35 psig (341 kPag) y la mezcla se mantiene
a presión en un engrosamiento durante aproximadamente 5 minutos.
La mezcla pasa por una válvula de reducción de presión, se aña-
den 56 libras (25,4 kg) por hora de glicol virgen adicional,
y dicha mezcla se envía rápidamente a un polimerizador continuo
20 ascendente. Se forma prepolímero que tiene una viscosidad rela-
tiva (HRV) de 5,6 y un contenido de carboxilo libre de 98 equi-
valentes por gramos por millón. El prepolímero pasa por un con-
ducto de transferencia a un polimerizador acabador donde se
forma polímero que tiene una viscosidad relativa (HRV) de 21,3
25 y un contenido de carboxilo libre de aproximadamente 28 equi-

1 valentes por gramos por millón. El polímero sale del recipiente
acabador, y se hila en estado licuado en filamentos, a una velo-
cidad media de 1.388 libras (630 kg) por hora. Se produce hilo
de filamentos que contiene 0,9 por ciento por peso de dietilen-
5 glicol.

Los vapores procedentes del polimerizador continuo,
que contienen 87,2 por ciento por peso de etilenglicol y 12,8
por ciento de agua, a 276°C y una presión de 24 mm de mercurio
(3,2 kPa), se pasan a un condensador de pulverización a 151 li-
10 bras (68,5 kg) por hora. Los vapores se pulverizan con 200 ga-
lones (0,757 m³) por minuto de 94% de etilenglicol, 6% de agua
líquida recirculada desde el depósito de condensación. El líqui-
do de pulverización se mantiene a aproximadamente 45,5°C pasando
por un refrigerador entre el depósito de condensación y el con-
15 densador de pulverización. El líquido de pulverización y los
vapores condensados pasan desde el condensador al depósito de
condensación, donde se mezclan con 322 libras (146 kg) por hora
de etilenglicol que contiene 0,95 por ciento de agua, proceden-
te del depósito de condensación al condensador acabador. Eti-
20 lenglicol que contiene 6 por ciento de agua se recicla desde el
depósito de condensación del condensador polimerizador continuo
a una velocidad de 473 libras (214,4 kg) por hora para usarse
en la reacción con ácido tereftálico para producir oligómero.

Los vapores procedentes del polimerizador acabador,
25 que contienen 91,1 por ciento de etilenglicol y 8,9 por ciento

1 de agua, a 291°C y una presión de 1,3 mm de mercurio (0,17 KPa),
se pasan al condensador de pulverización acabador a 19,9 libras
(9,0 kg) por hora . Los vapores se pulverizan con 200 galones
(0,757 m³) por minuto de etilenglicol que contiene 0,95 por
5 ciento de agua procedente del depósito de condensación de dicho
condensador. El líquido de pulverización se mantiene a aproxima-
damente 31°C pasando por un refrigerador entre el depósito de
condensación y el condensador de pulverización. El líquido de
pulverización y los vapores condensados pasan desde el condensa-
10 dor al depósito de condensación acabador, donde se mezclan con
303 libras (137 kg) por hora de etilenglicol virgen que contiene
aproximadamente 0,1 por ciento de agua. Etilenglicol que contie-
ne 0,95 por ciento de agua fluye desde el depósito de condensa-
ción acabador al depósito de condensación del condensador poli-
15 merizador continuo a una velocidad de 322 libras (146 kg) por
hora. La velocidad de alimentación del etilenglicol virgen se
controla por una válvula de control que responde a una señal de
nivel para mantener un nivel constante en el depósito de conden-
sación del condensador polimerizador continuo.

20 La viscosidad relativa (HRV) es la relación de la
viscosidad de una solución de 0,8 gramos del poliéster disuel-
to a temperatura ambiente en 10 ml de hexafluorisopropanol que
contiene 80 partes por millón de H₂SO₄ a la viscosidad del hexa-
fluorisopropanol mismo que contiene H₂SO₄, medidas ambas a 25°C
25 en un viscosímetro capilar y expresadas en las mismas unidades.

1 Habiendo descrito la invención se considera como una
novedad y, por lo tanto, declaramos como de nuestra propiedad
lo contenido en las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Mejoras introducidas en un proceso continuo de es-
terificación directa y polimerización en el que una alimenta-
ción de etilenglicol y ácido tereftálico en proporciones mola-
res de desde 1,5 a 4,0 de glicol a 1,0 de ácido tereftálico
se calienta en el producto de reacción a desde aproximadamente
10 280° a 315°C para esterificar el ácido tereftálico y formar un
producto de reacción de éster que tiene un grado medio de po-
limerización de desde 2 a 10 opcionalmente, combinar el éster
obtenido con una pasta deslustrante de TiO_2 en etilenglicol, que
contiene menos del 1% en peso de agua, antes de alimentar dicho
15 ester al polimerizador continuo, pudiendo haber presentes en
dicha pasta aditivos seleccionados del grupo formado por cata-
lizadores de polimerización, inhibidores de calor, modificado-
res de teñibilidad, materiales colorantes, o aditivos de entre-
cruzamiento, a continuación el producto de éster se calienta
20 a desde 250° a 300°C y presión absoluta baja en un polimeri-
zador continuo para formar un prepolímero, y el prepolímero
se calienta a desde 270° a 305°C y presión absoluta sustancial-
mente inferior en un polimerizador acabador para formar un po-
límero que se hile en filamentos; la mejora para recuperar y
25 reutilizar continuamente el etilenglicol procedente de los va-

1 pores formados en los polimerizadores que comprende:

 (a) conducir los vapores de etilenglicol y agua desde el polimerizador continuo a un condensador de pulverización a la presión del polimerizador, pulverizar los vapores con etilenglicol líquido que contiene menos de 10
5 por ciento por peso de agua para condensar sustancialmente todos los vapores, combinar el condensado con etilenglicol líquido que contiene menos de 3 por ciento por peso de agua para formar etilenglicol líquido que contiene menos de 10
10 por ciento por peso de agua para usarse al pulverizar los vapores y para reaccionar con ácido tereftálico para formar producto de reacción de éster;

 (b) conducir los vapores de etilenglicol y agua desde el polimerizador acabador a un condensador de pulverización a la presión del polimerizador acabador, pulverizar
15 los vapores con etilenglicol líquido que contiene menos de 3 por ciento por peso de agua para condensar sustancialmente todos los vapores, combinar el condensado con etilenglicol líquido que contiene menos de 1 por ciento por peso de
20 agua para formar etilenglicol líquido que contiene menos de 3 por ciento por peso de agua para usarse al pulverizar los vapores y para combinarse con el condensado producido en el sistema condensador (a) añadiéndose el glicol que contiene
25 menos de 1 por ciento por peso de agua a una velocidad de desde aproximadamente 0,4 a 1,15 moles de glicol por mol de

1 tereftalato de etileno en el polímero producido;

(c) transferir continuamente etilenglicol líquido desde el sistema condensador acabador (b) al sistema (a), y desde el sistema (a) a la reacción de esterificación, a velocidades determinadas por la velocidad a la que el etilenglicol se usa en la reacción de esterificación.

2. Mejoras según la reivindicación 1 en las que el etilenglicol líquido añadido en el sistema (b) contiene menos de 0,1 por ciento por peso de agua.

3. Mejoras según la reivindicación 1, donde la velocidad de adición del etilenglicol líquido que contiene menos de 1 por ciento en peso de agua en el condensador acabador (b) se ajusta para facilitar un total de aproximadamente 1 mol de adición de glicol al sistema por mol de tereftalato de etileno en el polímero producido en el polimerizador acabador, conteniendo cierto etilenglicol menos de un 1% en peso de agua que se añade al producto de reacción de ester antes de alimentar el producto de éster al polimerizador continuo, siendo la velocidad de adición de dicho etilenglicol al producto de reacción de ester aproximadamente del 0,25 al 0,60 moles de glicol por mol de tereftalato de etileno en el polímero producido, mezclándose dicho etilenglicol con el producto de reacción de ester en la forma de una suspensión de TiO_2 deslustrante en etilenglicol.

4. Mejoras según la reivindicación 3 en las que la

1 pasta mezclada con el producto de éster incluye uno o varios
catalizadores de polimerización, inhibidores de color, modi-
ficadores de teñibilidad, materiales colorantes, o aditivos
de entrecruzamiento.

5 5. Mejoras según la reivindicación 1 en las que el
etilenglicol se recicla a la reacción de esterificación des-
de los sistemas condensadores polimerizadores a una velocidad
de desde aproximadamente 0,75 a 1,10 moles de glicol por mol
de tereftalato de etileno en el polímero producido.

10 6. Se reivindica por último como objeto sobre el que
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: MEJORAS
INTRODUCIDAS EN UN PROCESO CONTINUO DE ESTERIFICACION DIRECTA
Y POLIMERIZACION.

15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre-
sente memoria descriptiva que consta de diecinueve páginas
mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

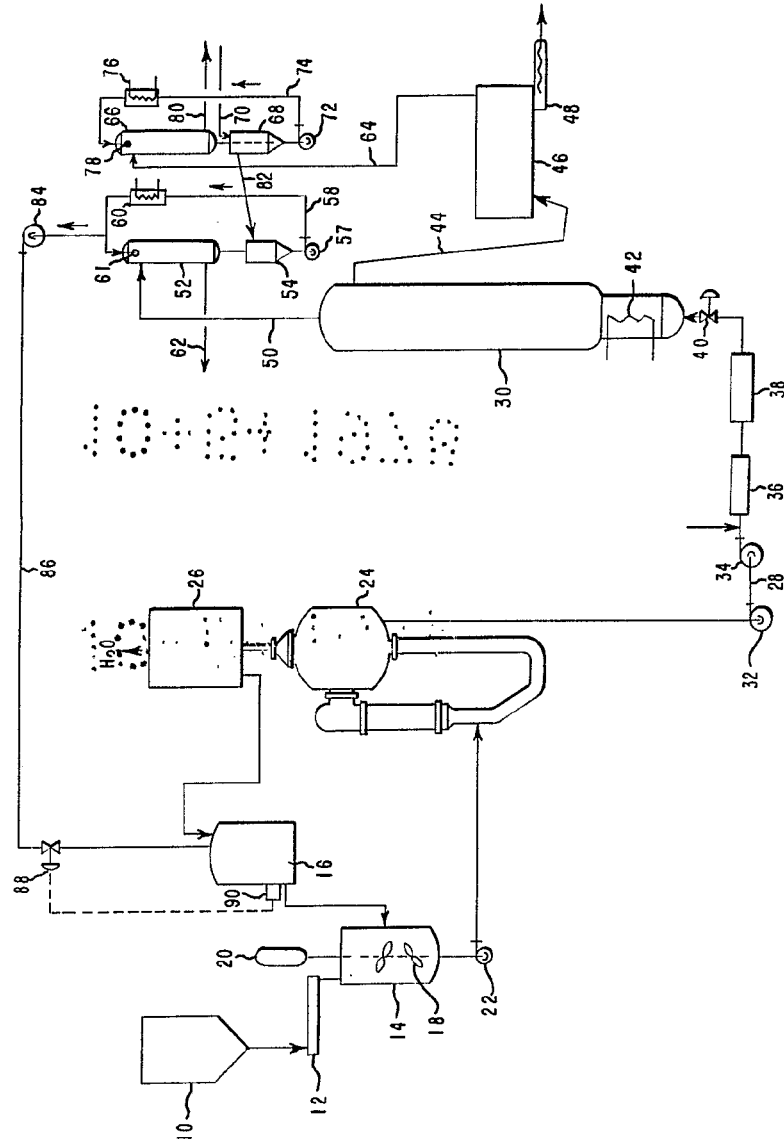
Madrid, 13 abril 1.978

BERNARDO UNGRIA

E.P.

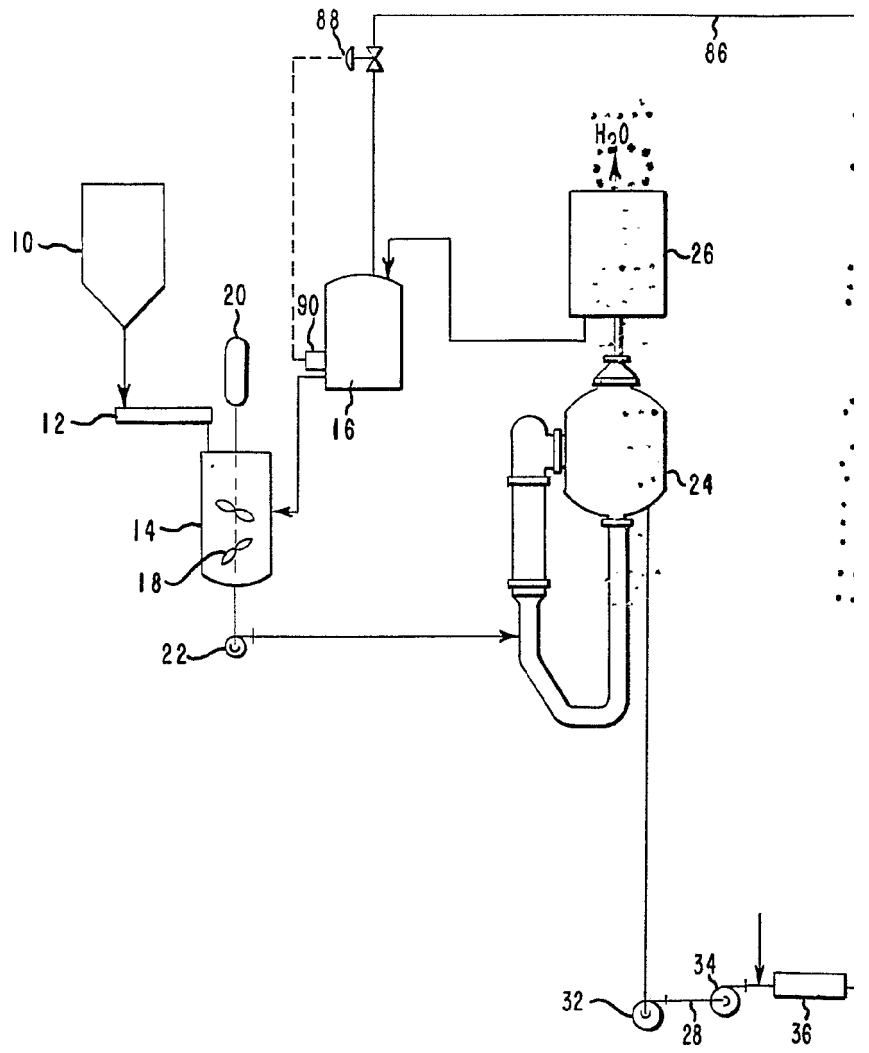

20

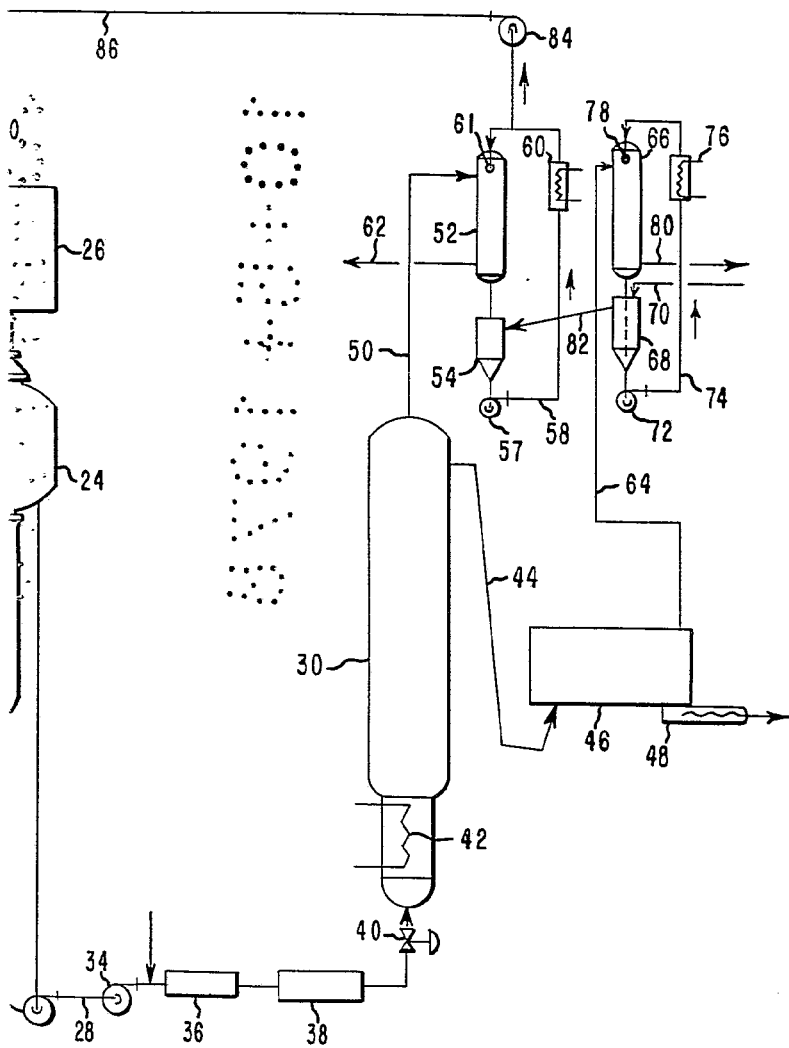
25



ESCALA VARELLA
Madrid, 13 de Abril de 1978
BERNARDO VARELLA
P.P.

E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY





ESCALA VARIABLE
Madrid, 13 de Abril de 1978
BERNARDO UNGRIA
P.P.