



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0709590-2 B1

(22) Data do Depósito: 13/03/2007

(45) Data de Concessão: 23/01/2018



(54) Título: MÉTODO, PARA A PRODUÇÃO DE UM GRANULADO NÃO-ADERENTE ACIMA DA TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA QUE COMPREENDE UM MATERIAL DE POLIÉSTER E USO DO PRODUTO PRODUZIDO COM O MÉTODO

(51) Int.Cl.: B29B 9/06; B29B 9/16

(30) Prioridade Unionista: 13/03/2006 CH 00395/06

(73) Titular(es): UHDE INVENTA-FISCHER AG

(72) Inventor(es): KURT HANIMANN; WERNER STIBAL

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "MÉTODO, PARA A PRODUÇÃO DE UM GRANULADO NÃO-ADERENTE ACIMA DA TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA QUE COMPREENDE UM MATERIAL DE POLIÉSTER E USO DO PRODUTO PRODUZIDO COM O MÉTODO".

Campo Técnico

[001] A presente invenção refere-se a um método para a produção de um granulado não-aderente que compreende um material de poliéster, no qual o material de poliéster é introduzido em um fluxo de água de resfriamento como uma fusão e é separado da água de resfriamento após passar por um trecho de resfriamento.

[002] O tema da invenção também consiste no uso de um granulado produzido deste modo.

[003] O material de poliéster pode se referir, em particular, ao tereftalato de polietileno ou copolímeros modificados destes, componentes de modificação no lado ácido, por exemplo, do ácido isoftálico ou no lado diol, por exemplo, do cicloexanodimetanol.

[004] Estado da Técnica

[005] O documento DE 103 49 016 B4, por exemplo, também começa a partir de um método do tipo mencionado acima, uma assim chamada fase de cristalização ou pós-cristalização que é considerada como necessariamente subsequente à formação de granulado de acordo com o ensinamento deste documento.

[006] Como se pode deduzir a partir do documento DE 198 48 245 A1, o granulado de poliéster é, de modo inicial, essencialmente amorfo e transparente. Neste estado, o mesmo tende a se aderir durante o processamento adicional na fase sólida na e acima da temperatura de transição vítrea do mesmo. Aumentando-se a cristalinidade deste, que pode ser detectada por uma coloração branca, a adesão pode ser evitada. De acordo com o documento DE 10 2004 015 515

A1, um grau de cristalização de pelo menos 38% é requerido para este propósito.

[007] No caso do documento DE 103 49 016 B4, a pós-cristalização é implementada usando-se a energia térmica ainda contida nas partículas de granulado diretamente após a granulação. Para evitar a adesão das partículas de granulado até o grau de cristalização desejado ter sido atingido, propõe-se moldá-las ou submetê-las a vibrações, por exemplo, através do transporte via um transmissor de vibração ou oscilação.

[008] Entretanto, um alto grau de cristalização nem sempre é desejado no processamento adicional do granulado pelo fato de que a energia requerida para fundir o granulado é conseqüentemente aumentada.

Descrição da Invenção

[009] No caso dos métodos conhecidos, a pós-cristalização para obtenção de um granulado não-aderente suficientemente cristalino e, também, as medições para evitar a adesão das partículas de granulado durante a pós-cristalização implicam uma complexidade não insignificante na engenharia química e equipamentos. Além disso, uma temperatura específica do granulado se eleva necessariamente como uma função do tamanho do granulado. Portanto, o objetivo da invenção é aprimorar o método inicialmente mencionado, de modo que o mesmo possa ser implementado de uma maneira mais racional e com menos complexidade em relação ao equipamento. Além disso, pretende-se que seja capaz de evitar os altos graus de cristalização > 45%.

[0010] De acordo com a invenção, este objetivo é atingido, em que o tempo de permanência do material de poliéster no trecho de resfriamento é de 0,2 - 5 segundos e em que a água de resfriamento tem uma pressão de pelo menos 0,2 MPa (2 bar) ao longo do trecho de resfriamento. De acordo com a condução do método, o material de po-

liéster pode estar presente na água de resfriamento como um filamento ou como um granulado.

[0011] A pós-cristalização não é requerida, pelo menos não em todos os casos, para o granulado obtido deste modo. Mostrou-se que o granulado não se adere mesmo sem a pós-cristalização e o movimento mecânico se não ocorrer nenhuma entrada adicional de energia externa. Mesmo durante o aquecimento sob pressão, nenhuma adesão pode ser detectada. O granulado é adequado para direcionar o reprocessamento sem a cristalização adicional que usa possivelmente sua temperatura ainda alta nos tratamentos de gás, tais como os reatores de pós-condensação de fase sólida, os reatores de condicionamento para secagem, dispositivos de desgaseificação e/ou dealdeidação ou cristalização (se na verdade um grau de cristalização mais alto for requerido). Pode-se mencionar também como exemplos do processamento adicional, os transportes pneumáticos e o armazenamento intermediário em silos ou em embalagens resistentes ao calor.

[0012] Sabe-se que um objeto que será resfriado não pode ser molhado no caso de gradientes de temperatura muito altos (Leidenfrost). Sob condições atmosféricas ou leve pressão em excesso, este fenômeno também ocorre em uma fusão de poliéster se o último for introduzido em água de resfriamento. Uma camada de vapor é formada sobre a superfície do material de poliéster, que tem um efeito isolante e impede o resfriamento do material de poliéster.

[0013] A evaporação e a condensação na camada limite conduzem além dos estados transientes que tornam a superfície do material de poliéster muito áspera (formação de crateras). A superfície áspera promove a adesão das partículas de granulado acabadas. Isto leva a uma cristalização descontrolada e uma abrasão aumentada nos tratamentos mecânicos subsequentes, como um resultado, interrupções e ciclos de limpeza tornam-se necessários e também ocorre a perda de

material. Além disso, devido à passagem repetida pela temperatura de transição vítrea, o resultado pode ser a aglomeração das partículas de granulado que levam a interrupções adicionais e à perda de qualidade.

[0014] Surpreendentemente, descobriu-se devido às condições, de acordo com a invenção, que a evaporação e cavitação de superfície nas partículas de granulado podem ser controladas até a extensão em que a superfície das partículas adota a estrutura de uma casca de laranja que reduz em qualquer caso as superfícies das partículas esféricas, de modo que a aglomeração não ocorra mais mesmo com o tratamento térmico adicional. O contato direto de água de resfriamento abrupto compele a formação controlada da estrutura de superfície e, portanto, pela primeira vez, permite o resfriamento da fusão que é coordenada com o processo de tratamento adicional e um grau de cristalização controlável que pode ficar na faixa de 8 a 45%.

[0015] A cristalização que começa a partir do núcleo das partículas de granulado para fora devido à temperatura mais alta da fusão de solidificação prevalecente no mesmo leva a tensões e encolhimentos dentro das partículas de granulado que estão presentes sob a forma de efeitos de repulsão em relação às partículas estreitamente situadas e, deste modo, além de contrapor a aglomeração.

[0016] Para evitar a adesão das partículas de granulado acabadas, um tempo de permanência curto de meramente 0,2 - 5,0 segundos do material de poliéster sob as condições de pressão mencionadas no trecho de resfriamento já é suficiente.

[0017] Limitando-se o tempo de permanência sob as condições de pressão mencionadas no trecho de resfriamento de 5 segundos, de preferência, 2 segundos, um grau de cristalização baixo do granulado acabado menor que 10% é obtido. O granulado acabado é essencialmente amorfo, podendo ser detectado por sua transparência. De preferência, o granulado acabado tem, assim, uma proporção amorfa de

no máximo 92%, entretanto, pelo menos 55%. O material de poliéster, após a separação da água de resfriamento, ainda também tem uma temperatura vantajosamente alta para direcionar o processamento adicional, tal como, por exemplo, uma pós-condensação ou secagem de fase sólida.

[0018] Deste modo, prefere-se escolher o tempo de permanência que fique dentro dos limites mais estreitos entre 0,2 a 2 segundos, particularmente, entre 0,4 segundos e 0,8 segundo. O mesmo se aplica à pressão que é preferencialmente ajustada entre 0,3 MPa (3 bar e 6 bar). Uma pressão mais alta que 0,6 MPa (6 bar), em geral, é desnecessária para atingir o efeito, de acordo com a invenção, e pode acarretar problemas no projeto do aparelho.

[0019] Após passar pelo trecho de resfriamento, a pressão da água de resfriamento é rapidamente reduzida e, então, a água de resfriamento é separada do material de poliéster. A redução pode ser efetuada em um trecho de constrição sob a forma de um comprimento de cano com um corte transversal reduzido ou através de canais de fluxo. De maneira alternativa, as válvulas especialmente formadas, tais como, por exemplo, as válvulas de diafragma, podem ser usadas.

[0020] Atrás do trecho de constrição, a evaporação na superfície do material de poliéster é desejável porque auxilia a separação da água de resfriamento e, ao formar uma película isolante de vapor, evita um resfriamento adicional do material de poliéster que não é mais requerido e também, possivelmente, não mais desejado. Através da escolha de temperatura da água de resfriamento entre 80°C e 110°C, de preferência, 85°C a 95°C, próxima ao ponto de ebulição atmosférica, estes efeitos são auxiliados. Por outro lado, as perdas de água através da evaporação são mantidas mínimas.

[0021] Para diversos métodos de processamento adicionais, o movimento cortante das lâminas na placa de bocal em cooperação

com a tensão de superfície da fusão de solidificação, uma temperatura média do granulado acabado na faixa de 90°C a 220°C , de preferência, 150°C a 220°C, é vantajoso. Esta temperatura depende, entre outras coisas, do tempo de permanência do material de poliéster no trecho de resfriamento, de modo que esta possa ser ajustada pela escolha ajustada deste tempo de permanência.

[0022] No que diz respeito à granulação, pelo menos um filamento do material de poliéster fundido pode ser cortado em pedaços após o escoamento do mesmo no fluxo de água de resfriamento e, portanto, ainda passa antes pelo trecho de resfriamento, que pode ser efetuado, por exemplo, com o auxílio de uma placa perfurada, um conjunto fixado de lâminas giratórias ou similares. O diâmetro das perfurações é, deste modo, na faixa de mm.

[0023] A fusão que é preferencialmente configurada como pelo menos um filamento fundido também pode ser granulada somente após ser estendido e resfriado na água de resfriamento. O corte do filamento somente após a separação da água de resfriamento também pode ser possível. As partículas de granulado resultantes têm, deste modo, um peso tipicamente entre 10 e 20 mg.

[0024] Um separador de água-vapor pode ser usado para separar o material de poliéster da água de resfriamento, que é precedido pelo trecho de constrição já mencionado para reduzir a pressão de água de resfriamento. No caso de granulação submersa, um separador centrífugo comercialmente disponível pode ser usado. Devido à formação de vapor após a redução de pressão, uma simples peneira curvada com um dispositivo de sucção é suficiente, em que o vapor e a água são separados das partículas de granulado e substituídos com ar ou um gás inerte. Esta modalidade também é possível em um filamento que é apenas cortado de maneira subsequente.

[0025] No caso da granulação submersa direta, que é preferencial,

o tempo de permanência do material de poliéster no trecho de resfriamento pode ser ajustado através da variação do fluxo de água de resfriamento, por exemplo, controlando-se a velocidade de rotação da bomba de água, no trecho de resfriamento, uma vez que as partículas de granulado são transportadas pelo fluxo de água de resfriamento. De uma maneira simples, o ajuste do fluxo de água de resfriamento no trecho de resfriamento é possível pelo fato de que a água de resfriamento é dividida entre o trecho de resfriamento e uma linha de desvio para o trecho de resfriamento e é novamente conduzido de volta na frente do trecho de constrição. Já que uma quantidade de água constante é conduzida através do trecho de constrição, a pressão no trecho de resfriamento permanece constante com uma alteração na divisão.

[0026] Como uma alternativa para isto, também é possível que o material de poliéster seja granulado após resfriamento na água de resfriamento. Além disso, o estiramento do material de poliéster que está, então, pelo menos parcialmente presente no trecho de resfriamento como um filamento pode, então, ser efetuado.

[0027] Uma modalidade alternativa adicional permite que o material de poliéster seja somente granulado após a separação da água de resfriamento com a formação de partículas de granulado aproximadamente cilíndricas. Para este propósito, o material de poliéster passa pelo trecho de resfriamento completo como um filamento, portanto, a granulação é efetuada somente subsequente ao trecho de resfriamento.

[0028] De acordo com a invenção, indica-se um propósito de uso do produto de método, sendo que este é diretamente fornecido para um reator ou secador de pós-condensação de fase sólida, de preferência por exemplo, um secador de torre e/ou eixo, com um leito fluidizado estático.

Breve Descrição dos Desenhos

[0029] A invenção se destina a ser subsequentemente explicada em mais detalhes com referência às modalidades descritas em conjunção com os desenhos. São mostrados.

[0030] A Figura 1 é um diagrama de uma primeira modalidade da invenção com corte submerso; e

[0031] A Figura 2 é um diagrama que corresponde à segunda modalidade da invenção com corte seco.

Meios para Realizar a Invenção

[0032] Em ambas as Figuras, 1 designa o fluxo de entrada de fusão, 2 o fluxo de saída de granulado e 3 uma câmara de corte. A circulação de água de resfriamento compreende um trecho de resfriamento em série 4 com, tipicamente, 0,5 - 3 m de comprimento, um trecho de constrição 5, um separador de água e vapor 6 e é mantida em operação através de uma bomba de circulação de água 7. O separador de água e vapor 6 pode se referir a uma simples peneira curvada ou a um separador centrífugo comercialmente disponível. Na circulação de água de resfriamento, um trocador de calor 8 é contido, com o qual a temperatura da água de resfriamento pode ser ajustada e mantida constante por meio de um controle de temperatura 15. Um controle de temperatura de granulado, designado como 9, fica em comunicação com um controle de quantidade de água 10. O controle de quantidade de água atua sobre a válvula de controle de desvio 11 com a qual a divisão da água de resfriamento no trecho de resfriamento 4 e em um desvio 12 pode ser ajustada. O separador de água e vapor 6 é dotado de um ventilador de sucção 14 que é precedido por um condensador de vapor 13. A bomba de circulação de água 7 acumula uma pressão na circulação de água de resfriamento descrita, que é ajustada de modo que seja maior que 0,2 MPa (2 bar) ao longo do trecho de resfriamento 4. Como uma variante para ajustar e manter a pressão constante, outro controle de pressão 16 que é proporcionado na Figura 1, atua

em uma válvula de controle 5a do trecho de constrição 5.

[0033] As duas modalidades da Figura 1 e da Figura 2 diferem na posição da câmara de corte 3. Na modalidade da Figura 1, a câmara de corte 3 se situa na circulação de água de resfriamento na região do fluxo de entrada de fusão 1 diretamente na frente do trecho de resfriamento 4 e é submetida a um fluxo de água de resfriamento. A pressão na água de resfriamento é maior que 0,2 MPa (2 bar), como ao longo do trecho de resfriamento 4. Na modalidade da Figura 2, a câmara de corte 3 se situa fora da circulação de água de resfriamento entre o separador de água e vapor 6 e o fluxo de saída de granulado 2 e, conseqüentemente, fica seca.

[0034] Na modalidade da Figura 1, o material de poliéster fundido surge, de preferência, de uma pluralidade de orifícios de bocal que formam de modo correspondente um grande número de filamentos de fusão dentro da câmara de corte, sendo que os filamentos de fusão são imediatamente cortados debaixo d'água no tamanho de granulado requerido com um rotor de corte, por exemplo, uma placa perfurada giratória. A terminologia aqui também é matriz-face. Devido ao movimento cortante das lâminas na placa de bocal em cooperação com a tensão de superfície da fusão de solidificação, partículas aproximadamente esféricas de granulado são formadas por meio disto. O granulado é diretamente transportado para dentro do trecho de resfriamento 4 por meio da água de circulação. Na câmara de corte 3 e ao longo do trecho de resfriamento 4, prevalece uma pressão de água de resfriamento maior que 0,2 MPa (2 bar), conforme já estabelecido. Esta pressão de água é reduzida para pressão ambiente no trecho de constrição subsequente 5. A constrição pode ser efetuada por um desenho adaptado do corte transversal de encanamento em coordenação com a quantidade de circulação de água ou através de uma válvula de controle 5a, tal como por exemplo, uma válvula de diafragma, que é ade-

quada para a mistura bifásica adequada, como um resultado disto, então, o controle de pressão mencionado no trecho de resfriamento também pode ser possível. Após a redução de pressão, a água evapora diretamente na superfície ainda quente das partículas de granulado e pode, conseqüentemente, ser facilmente separada pelo separador de água e vapor 6. O vapor resultante é sugado junto com o ar ambiente pelo ventilador de sucção 14 e é condensado no condensador de vapor 13.

[0035] O resfriamento súbito, de acordo com a invenção, a pressão em excesso de pelo menos 0,2 MPa (2 bar) ocorre na câmara de corte 3, o trecho de resfriamento 4 e possivelmente, também, no trecho de constrição 5, entretanto, os tempos de permanência na câmara de corte 3 e no trecho de constrição 5 são menores devido às razões de geometria relativas ao tempo de permanência no trecho de resfriamento 4. De acordo com a duração do resfriamento súbito, as partículas de granulado são mais ou menos resfriadas. Portanto, ajustando-se o tempo de permanência no trecho de resfriamento 4 por meio do controle de quantidade de água 10, é possível ajustar a temperatura do granulado acabado de uma maneira controlada, que também funciona no caso de um diâmetro de partícula pequeno. O controlador de temperatura de granulado 9 determina como o controlador de conduto o valor de referência do controle de quantidade de água sob a forma de um controle em cascata.

[0036] Na modalidade da Figura 2, uma pluralidade de filamentos também é preferencialmente retirada, entretanto, eles entram diretamente no trecho de resfriamento 4 onde os mesmos experimentam um resfriamento súbito, de forma análoga, ao granulado previamente descrito. O corte para formar um granulado cilíndrico é efetuado somente após a separação de água na câmara de corte 3 que é subsequente ao separador de água e vapor 6. O trecho de constrição 5 pode ter a

forma de canais estreitos através dos quais os filamentos são conduzidos. Além disso, o conduto do método corresponde àquele da modalidade da Figura 2.

Exemplos

[0037] Os exemplos A - D indicados na Tabela subsequente se referem à produção de granulado de poliéster que aplica a modalidade previamente descrita, de acordo com a Figura 1. O Exemplo E é um exemplo comparativo no qual um granulador de filamento submerso foi usado na granulação e na pressão de água de resfriamento ao longo do trecho de resfriamento que corresponde à pressão ambiente. Em todos os exemplos, a fusão foi produzida fundindo-se um granulado PET a 290°C.

Exemplo	Fluxo de fusão	Tamanho de granulado	Circulação de água	Temperatura de água	Pressão de câmara de corte	Tempo de permanência de resfriamento súbito	Temperatura média de granulado
	Kg/h	mg	m ³ /h	°C	MPa (Barg)	Seg	°C
A	110	19	15	97	0,50 (4)	0,5	180
B	110	35	17	99	0,61 (5,1)	0,45	215
C	110	12	17	102	0,60(5)	0,45	175
D	100	15	12	96	0,50(4)	0,5	160
E	100	15	12	96	0	0,5	160

[0038] Nos exemplos A - D, as partículas de granulado que surgem do fluxo de saída de granulado mostrado na adesão mesmo com o preenchimento direto adiabático. No exemplo D, o granulado foi submetido à pressão de 0,3 MPa (3 bar) e, então, ainda não se adere.

[0039] As partículas de granulado obtidas pelo exemplo comparativo E aderido, em contrapartida, imediatamente após o fluxo de saída de granulado para formar massas informes dimensionadas primeiro.

Lista de Referências Numéricas

- 1 - Fluxo de entrada de fusão
- 2 - Fluxo de saída de granulado
- 3 - câmara de corte
- 4 - Trecho de resfriamento
- 5 - Trecho de constrição
- 5a. - Válvula de controle de fluxo
- 6 - Separador de água e vapor
- 7 - Bomba de circulação de água
- 8 - Trocador de calor para água de circulação
- 9 - Controle de temperatura de granulado
- 10 - Controle de quantidade de água
- 11 - Válvula de controle de desvio
- 12 - Desvio para trecho de resfriamento
- 13 - Condensador de vapor
- 14 - Separador de água com ventilador de sucção
- 15 - Controle de temperatura
- 16 - Controle de pressão

REIVINDICAÇÕES

1. Método, para a produção de um granulado não-aderente acima da temperatura de transição vítrea que compreende um material de poliéster no qual o material de poliéster é introduzido em um fluxo de água de resfriamento como uma fusão e é separado da água de resfriamento após passar por um trecho de resfriamento, caracterizado pelo fato de que o tempo de permanência do material de poliéster no trecho de resfriamento é de 0,2 - 5,0 segundos e pelo fato de que a água de resfriamento tem uma pressão de pelo menos 0,2 MPa (2 bar) ao longo do trecho de resfriamento.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o tempo de permanência do material de poliéster no trecho de resfriamento é de 0,2 - 2,0 segundos, de preferência, 0,4 - 0,8 segundo.

3. Método, de acordo com uma das reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a água de resfriamento tem uma pressão de 0,3 - 0,6 MPa (3 - 6 bar) ao longo do trecho de resfriamento.

4. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a temperatura da água de resfriamento é de 80°C - 110°C, de preferência, 85°C - 95 °C.

5. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 - 4, caracterizado pelo fato de que o tempo de permanência do material de poliéster é escolhido, de modo que o material de poliéster tenha uma temperatura de 90°C - 220°C após a separação da água de resfriamento.

6. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que um dispositivo de separação de água-sólidos é usado para separar o material de poliéster da água de resfriamento, sendo que o dito dispositivo de separação é precedido por um trecho de constrição para reduzir a pressão de água de resfri-

amento.

7. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que o fluxo de água de resfriamento no trecho de resfriamento pode ser ajustado por um desvio ajustável no trecho de resfriamento.

8. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o material de poliéster é diretamente granulado após o fluxo de entrada do mesmo no fluxo de água de resfriamento com a formação de partículas esféricas de granulado.

9. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o material de poliéster é granulado após o resfriamento na água de resfriamento.

10. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o material de poliéster é granulado somente após a separação da água de resfriamento com a formação de partículas de granulado cilíndricas.

11. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 a 10, caracterizado pelo fato de que uma superfície que esfria acima da temperatura de transição vítrea é implementada no granulado.

12. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o granulado produzido tem uma proporção amorfa de pelo menos 55% e no máximo 92%.

13. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a granulação é efetuada através de uma placa perfurada com um conjunto fixado de lâminas giratórias.

14. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a fusão é formada como pelo menos um filamento de fusão.

15. Uso do produto produzido com o método, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado que é empregado para fornecimento direto em um reator ou secador de pós-condensação de fase sólida, de preferência, um secador de torre e/ou eixo.

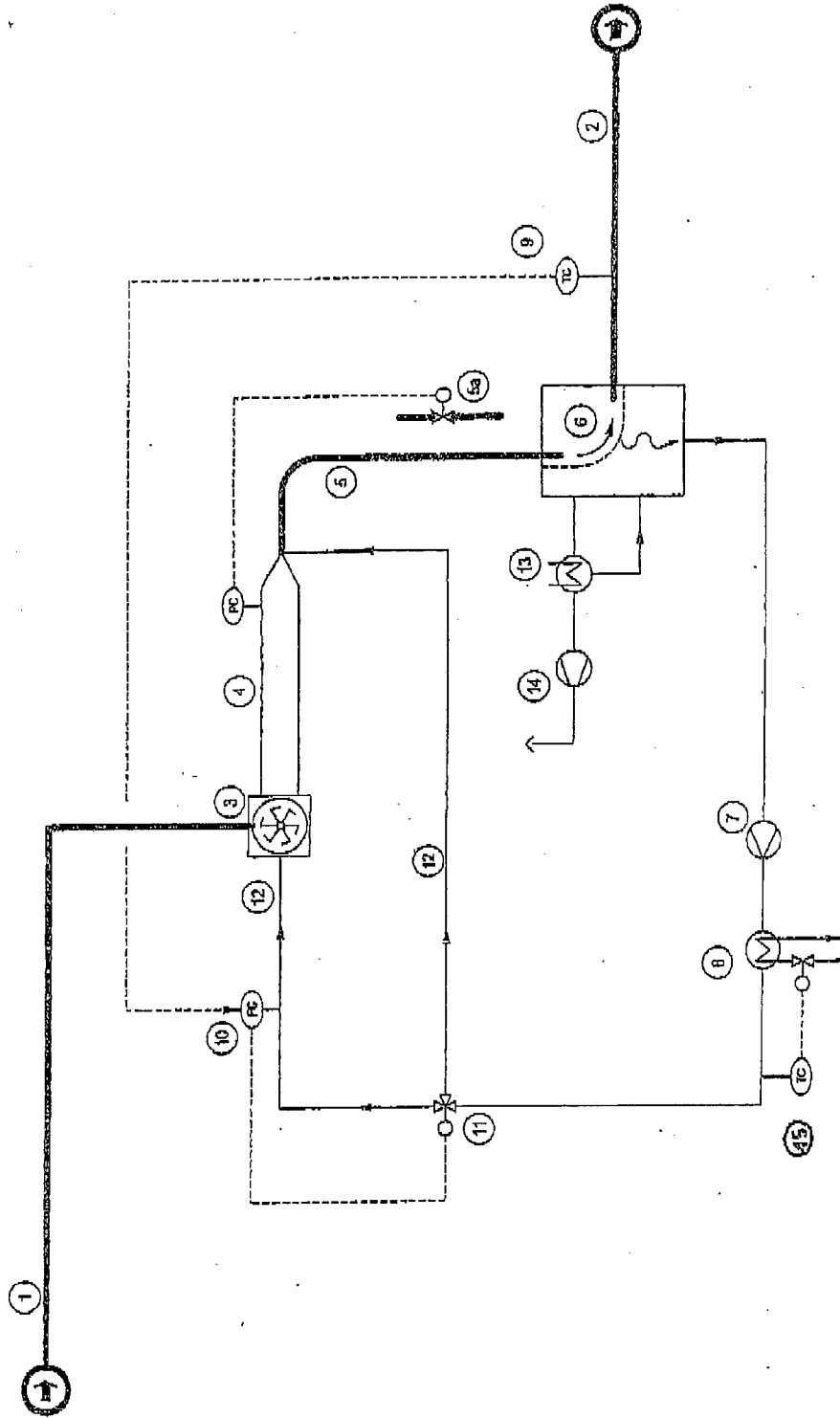


FIG. 1

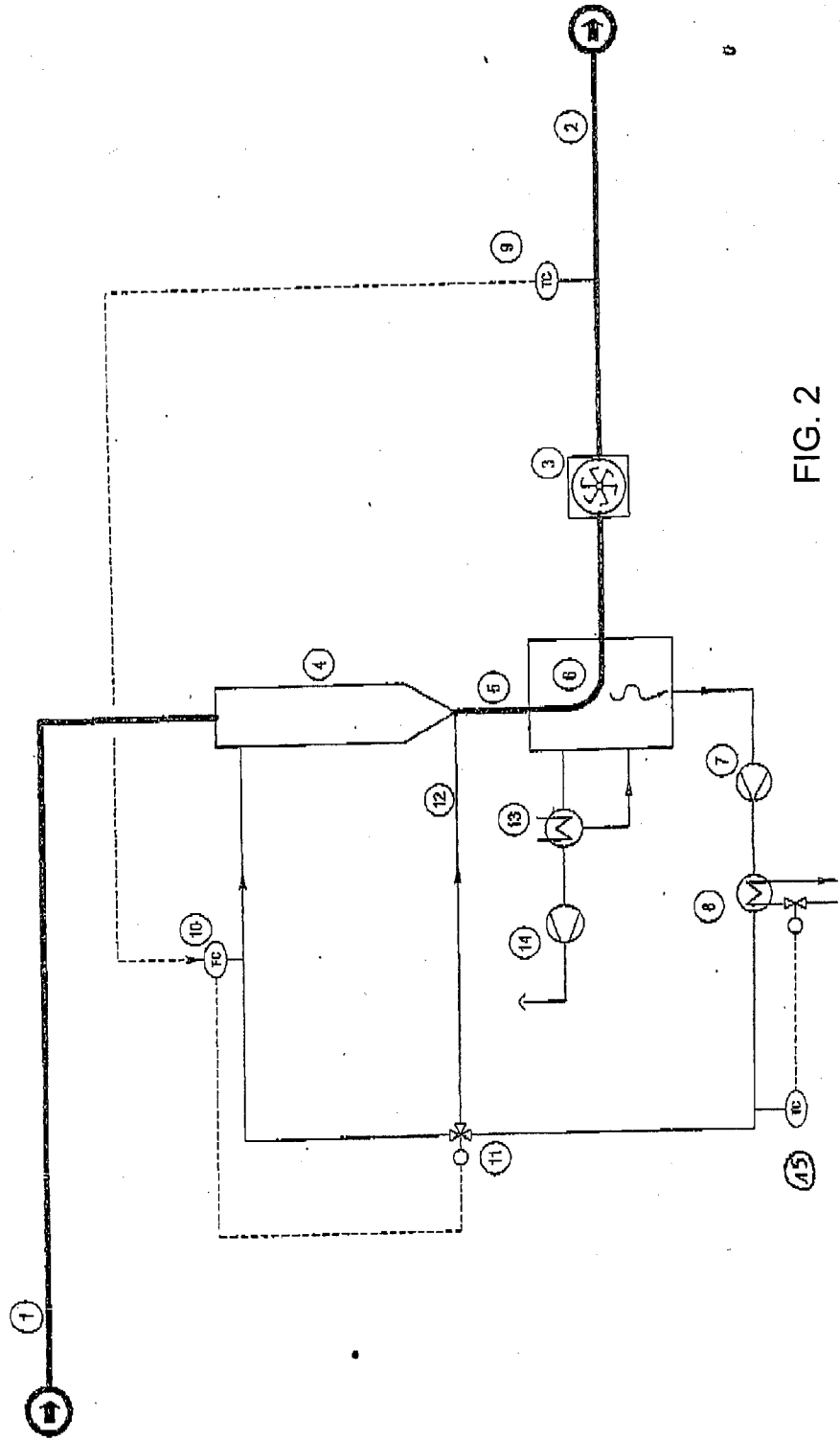


FIG. 2