



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

(21) **PI0611406-7 A2**



* B R P I O 6 1 1 4 0 6 A 2 *

(22) Data de Depósito: 24/05/2006
(43) Data da Publicação: 08/09/2010
(RPI 2070)

(51) *Int.Cl.:*
B29B 9/06
B29B 9/00
B29B 13/02
B29C 71/00
B29C 71/02

(54) Título: **MÉTODO E APARELHO PARA FABRICAÇÃO DE PÉLETES E GRÂNULOS POLIMÉRICOS CRISTALINOS**

(30) Prioridade Unionista: 26/05/2005 US 60/684,556

(73) Titular(es): GALA INDUSTRIES, INC.

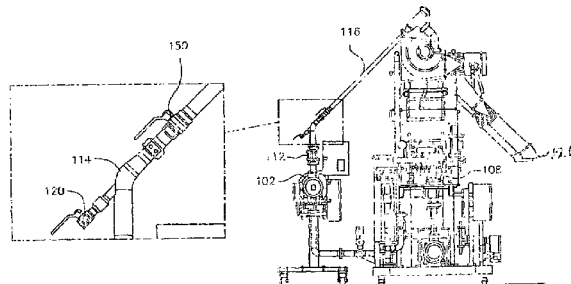
(72) Inventor(es): Michael Eloo, Robert G. Mann, Roger B. Wright

(74) Procurador(es): Dannemann, Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT US2006019899 de 24/05/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2006/127698 de 30/11/2006

(57) **Resumo:** MÉTODO E APARELHO PARA FABRICAÇÃO E GRÂNULOS POLIMÉRICOS CRISTALINOS. Trata-se de um método e aparelho para peletização submersa em água e subsequente secagem de polímeros cristalinos a fim de cristalizar os péletes de polímero sem aquecimento subsequente. Injeta-se ar a alta velocidade ou outro gás inerte na linha de pasta fluida de água e pélete até o secador próximo à saída do peletizador a uma taxa de fluxo de cerca de 100 a cerca de 175 m³/hora, ou maior. Tal movimento de ar a alta velocidade forma uma mistura de vapor com água e aumenta significativamente a velocidade dos péletes dentro e fora do secador, de tal modo que os péletes de polímero deixem o secador com calor latente suficiente para induzir uma auto-cristalização dentro dos péletes. Um mecanismo de válvula na linha de pasta fluida depois da injeção de gás regula, ainda, o tempo de permanência do pélete e um condutor vibratório depois do secador ajuda os péletes a alcançarem o nível desejado de cristalinidade e a evitar a aglomeração



Ret 020080012014
Di 0611406-7

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "MÉTODO E APARELHO PARA FABRICAÇÃO DE PÉLETES E GRÂNULOS POLIMÉRICOS CRISTALINOS".

Pedido Relacionado

5 Este pedido é designado ao Pedido Provisório co-pendente com número de série U.S. 60/684.556, depositado em 26 de maio de 2005, e por meio desse reivindica a prioridade do mesmo.

Campo da Invenção

10 A presente invenção, em geral, refere-se a um método e aparelho para peletização submersa em água e secagem subsequente de péletes poliméricos com um nível aumentado de cristalinidade. Mais particularmente, a presente invenção refere-se a um método e aparelho para peletização submersa em água de poliésteres, poliamidas, policarbonatos, poliuretanos termoplásticos, e seus respectivos copolímeros, com secagem subsequente
15 destes péletes e grânulos de tal forma que a cristalização destes péletes ou grânulos seja auto-iniciada. O processo de peletização e secagem aqui descrito produz péletes e grânulos que possuem um nível desejado de cristalinidade ao invés de uma estrutura amorfa. A presente invenção se expande mediante às descrições dos Pedidos Pendentes com números de série U.S.
20 10/717.630 e 10/954.349, depositados em 21 de novembro de 2003 e 1º de outubro de 2004, respectivamente, que são pertencentes à Gala Industries, Inc. de Eagle Rock, Virginia (daqui por diante, Gala), ao cessionário da presente invenção e ao pedido. As descrições dos Pedidos Pendentes U.S. supramencionados são expressamente incorporados neste pedido a guisa de
25 referência, bem como se tivessem detalhados no presente documento, e os pedidos supramencionados são referidos daqui por diante como "os pedidos Gala".

Antecedentes da Invenção

30 As Patentes U.S. e os Pedidos de Patente Publicados que se seguem incluem descrições que podem ser relevantes à presente invenção e são expressamente incorporados a guisa de referência nesse pedido, bem como se tivessem detalhados no presente documento:

	Número	Inventores
	5.563.209	Schumann et al
	6.706.824	Pfaendner et al
	5. 648. 032	Nelson et al
5	6.762.275	Rule et al
	6.790.499	Andrews et al
	6.344.539	Palmer
	6.518.391	McCloskey et al
	5.663.281	Brugel
10	6.455.664	Patel et al
	6.740.377	Pecorini et al
	5.750.644	Duh
	6.121.410	Gruber et al
	6.277.951	Gruber et al
15	4.064.112	Rothe et al
	4.161.578	Herron
	5.412.063	Duh et al
	5.532.335	Kimball et al
	5.708.124	Al Ghatta et al
20	5.714.571	Al Ghatta et al
	5.744.571	Hilbert et al
	5.744.572	Schumann et al
	6.113.997	Massey et al
	6.159.406	Shelby et al
25	6.358.578	Otto et al
	6.403.762	Duh
	5.864.001	Masse et al
	6.534.617	Batt et al
	6.538.075	Krech et al
30	2005/0049391	Rule et al
	2005/0056961	Bonner

Sumário da Invenção

A presente invenção é voltada para um sistema de peletização que produza péletes poliméricos debaixo d'água que retenham calor latente suficiente para auto-iniciar o processo de cristalização e que proporcionem
5 essencialmente uma estrutura cristalina suficiente sem a necessidade por uma etapa de aquecimento adicional para os péletes e grânulos poliméricos antes do processamento adicional. Os pedidos Gala têm demonstrado a eficácia desta condição elevada de calor em poli (tereftalato de etileno) ou PET e copolímeros constituídos a partir deste. Descobriu-se que outros políme-
10 ros, que podem ser cristalizados quando submetidos a condições análogas elevadas de calor, se beneficiam da redução do tempo de permanência dos péletes e grânulos na pasta fluida de água, deixando calor suficiente nos péletes e grânulos durante o estágio de secagem para permitir que a cristali-
zação se inicie nos péletes e grânulos. Estes polímeros são incluídos na
15 ampla categoria de polímeros aqui identificados como "polímeros cristalinos".

Para se realizar a cristalização auto-iniciada, descobriu-se que os péletes devem ser separados da água o mais rápido possível com um aumento significativo da velocidade com a qual eles fluem da saída do pele-
20 tizador submerso em água e, para e através, do aparelho de secagem. Tais péletes saem do secador retendo muito de seu calor latente e podem ser transportados em condutores com vibração convencional, vibratório similar ou outro equipamento de tratamento, de tal modo que, com o tempo adicional, a cristalinidade desejada seja alcançada. O armazenamento dos péletes
25 quentes em recipientes retentores de calor ou em recipientes isoladores de calor é incluído na presente invenção proporcionando tempo para completar o nível desejado de cristalização. A cristalização desejada é ao menos suficiente para evitar aglomeração dos péletes e grânulos quando submetidos ao processamento adicional.

30 A separação dos péletes e grânulos da água e o aumento subsequente da velocidade do pélete ao aparelho de secagem são realizados de acordo com os mesmos procedimentos gerais e aparelhos descritos para

PET e copolímeros nos pedidos Gala. Uma vez que os péletes e grânulos cortados deixam a caixa d'água do peletizador submerso na pasta fluida de água, injeta-se ar ou outro gás inerte adequado no tubo de transporte que se estende da caixa d'água até o aparelho de secagem. O ar injetado serve para aspirar água em vapor o separando, de forma eficaz, dos péletes e grânulos e, aumenta adicionalmente a velocidade de transporte dos péletes para e, essencialmente, através do secador. Este aumento na velocidade de transporte é rápido o suficiente para permitir que o pélete permaneça a uma temperatura quente o suficiente para iniciar o processo de cristalização dentro dos péletes e grânulos, que pode ser amorfo mediante a saída do secador centrífugo. Outros métodos convencionais de secagem de péletes com eficácia comparável podem ser empregados por um indivíduo versado na técnica e são aqui incluídos a título de referência.

Para se alcançar a aspiração da água e o aumento da velocidade de transporte a partir da saída da caixa d'água do peletizador até o secador, o ar injetado deve se encontrar a uma velocidade muito alta. Em particular, o volume do ar injetado deveria ser, de preferência, de ao menos 100 metros cúbicos por hora com base na injeção através de uma válvula em um tubo de 3,81 centímetros (1,5 polegada) de diâmetro. Este volume de fluxo irá variar de acordo com o volume de passagem, eficácia de secagem e diâmetro do tubo conforme será entendido por um indivíduo versado na técnica. Pode-se usar nitrogênio ou outro gás inerte ao invés de ar. Outros métodos que proporcionam separação comparável da água líquida dos péletes com aceleração do pélete para e através do secador podem ser empregados por um indivíduo versado na técnica e são aqui incluídos a título de referência.

A taxa da injeção de ar na tubulação da pasta fluida, de preferência, é regulada através do uso de uma válvula esférica ou de outro mecanismo de válvula situado após o ponto de injeção de ar. A regulação através deste mecanismo de válvula permite maior controle do tempo de permanência dos péletes e grânulos no tubo de transporte e no aparelho de secagem, e serve para aprimorar a aspiração da pasta fluida de pélete/água. A vibra-

ção é reduzida ou eliminada no tubo de transporte também através do uso do mecanismo de válvula após o ponto de injeção de ar.

A regulação da injeção de ar proporciona um controle necessário para reduzir o tempo de transporte da saída da caixa d'água do peletizador através do secador, permitindo que os péletes retenham calor latente significativo nos péletes. Os péletes com diâmetro maior não perdem calor tão rápido como os péletes com diâmetro menor perdem e, portanto, podem ser transportados a uma velocidade menor que a velocidade dos péletes menores. Os resultados comparáveis são alcançados aumentando-se a velocidade da injeção de ar à medida que o diâmetro do pélete diminui, conforme será entendido por um indivíduo versado na técnica. A redução do tempo de permanência entre a caixa d'água do peletizador e o secador deixa calor suficiente nos péletes para alcançar a cristalização desejada. A retenção de calor dentro do pélete é garantida através do uso de um condutor vibratório retentor de calor que segue a liberação do pélete a partir do secador e/ou através do uso de condutores de armazenamento convencionais isoladores de calor.

Os tempos de transporte no condutor vibratório são descritos nos pedidos Gala como sendo eficazes de 20 a 90 segundos, e foram considerados particularmente eficazes de 30 a 60 segundos. Esta estrutura de tempo deveria ser eficaz para os polímeros aqui descritos. A cristalização de 30% ou mais, de preferência, 35% ou mais, e, com preferência máxima, de 40% ou mais, pode ser alcançado através do processo aqui descrito. A variação nos tempos de permanência para o polímero e misturas de polímero pode ser ajustada conforme a necessidade com a finalidade de otimizar os resultados da formulação particular e do nível desejado de cristalinidade, conforme será entendido por um indivíduo versado na técnica. As etapas de aquecimento adicionais são eliminadas através do uso do processo aqui descrito.

Conseqüentemente, é um objetivo da presente invenção proporcionar um método e aparelho para processar polímeros cristalizados em um sistema de peletização submerso em água que possa produzir cristalização

nos péletes de polímero que saem do secador.

Outro objetivo da presente invenção consiste em proporcionar um método e aparelho para produzir cristalização em péletes de polímeros cristalizados utilizando um sistema de peletização submerso em água, sem a
5 necessidade de uma etapa secundária de aquecimento dispendiosa para converter péletes de polímeros amorfos em péletes de polímeros cristalizados.

Um objetivo adicional da presente invenção consiste em proporcionar um método e aparelho para peletização submersa em água de polí-
10 meros cristalizados, onde um gás inerte é injetado na água e a pasta de fluido do pélete deixa o peletizador para produzir uma forma mista de vapor d'água de tratamento de pasta fluida, desse modo, proporcionando melhor retenção de calor nos péletes transportados.

Ainda outro objetivo da presente invenção consiste em proporcionar um método e aparelho para peletização submersa em água de polí-
15 meros cristalizados de acordo com um objetivo anterior, onde os péletes são rapidamente transportados pelo do equipamento através da injeção de ar a uma taxa de vazão de ao menos 100 m³/hora a cerca de 175 m³/hora ou maior, de tal modo que o tempo de permanência dos péletes antes da saída
20 do secador seja suficientemente reduzido para gerar uma cristalização na ordem de 30% a 40% da cristalização total (100%).

Outro objetivo adicional da presente invenção consiste em proporcionar um método e aparelho para produzir péletes de polímeros cristalinos utilizando um sistema de peletização submersa em água, onde os péle-
25 tes que saem do secador têm calor suficiente remanescente no interior dos péletes para que pelo menos uma cristalização total de 35% dos péletes ocorra sem aquecimento subsequente.

Outro objetivo adicional da presente invenção consiste em proporcionar um método e aparelho de peletização submersa em água para
30 produzir péletes de polímeros cristalinos, onde o tempo de permanência dos péletes a partir do tempo de extrusão, na face da matriz até que saia do secador centrífugo, é reduzido a menos de cerca de um segundo por injeção

de gás na linha de pasta fluida do peletizador ao secador.

Outro objetivo adicional da presente invenção consiste em proporcionar um método e aparelho de peletização submersa em água para produzir péletes de polímeros cristalinos de acordo com o objetivo anterior, onde o tempo de permanência é regulado usando um mecanismo de válvula para pressurização aprimorada do misto de vapor d'água a jusante da válvula na linha de pasta fluida.

Outro objetivo da presente invenção consiste em proporcionar um sistema de peletização submersa em água, onde os péletes quentes que saem do secador são conduzidos em um condutor vibratório ou outro equipamento de tratamento ou vibratório para alcançar uma cristalização virtualmente uniforme por todo volume de pélete de saída dado.

Outro objetivo adicional da presente invenção consiste em expandir o escopo dos polímeros e copolímeros para que o aparelho e método dos pedidos Gala possam alcançar a cristalização polimérica auto-iniciada.

Estes objetivos junto a outros objetivos e vantagens que se tornarão subsequentevidentes residem nos detalhes de construção e operação da invenção, tal como é descrito e reivindicado mais detalhadamente nas partes que se seguem, sendo que referências foram feitas aos desenhos em anexo formando uma parte do mesmo, onde as referências numéricas similares se referem às partes similares em todo documento.

Breve Descrição dos Desenhos

A Figura 1 é uma ilustração esquemática de um sistema de peletização submerso em água, que inclui um peletizador submerso em água e um secador centrífugo fabricado e vendido junto á Gala com injeção de ar e condutor vibratório de acordo com a presente invenção.

A Figura 2a é uma ilustração esquemática da vista lateral do condutor vibratório da Figura 1.

A Figura 2b é uma ilustração esquemática da vista posterior do condutor vibratório da Figura 1.

A Figura 3 ilustra os componentes do sistema de peletização submerso em água mostrado na Figura 1 durante um modo de derivação

quando a linha de processo tiver sido desligada.

A Figura 4 é uma ilustração esquemática que mostra o método e aparelho para injeção de ar ou de outro gás inerte na linha de pasta fluida a partir do peletizador até o secador de acordo com a presente invenção.

5 A Figura 5 é uma ilustração esquemática que mostra um método e aparelho preferidos para injeção de gás inerte na linha de pasta fluida a partir do peletizador até o secador incluindo uma vista expandida da válvula esférica na linha de pasta fluida.

10 A Figura 6 é uma ilustração esquemática que mostra um sistema de peletização submerso em água que inclui cristalização e um secador comercializado junto a Gala para uso junto ao processamento de poliuretano termoplástico.

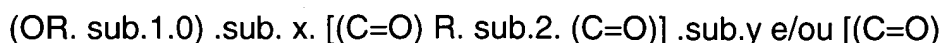
A Figura 7 é uma ilustração esquemática da porção de cristalização do sistema mostrado na Figura 6.

15 Descrição Detalhada das Modalidades Preferidas

As modalidades preferidas da invenção são explicadas em detalhes. Deve-se entender que a invenção não se limita em seu escopo aos detalhes de construção, disposição dos componentes, ou componentes químicos apresentados na descrição que segue os desenhos ou conforme ilustrada nos mesmos. As modalidades da invenção são capazes de ser praticadas ou realizadas de diversas formas e estão contidas no escopo da invenção.

25 As descrições das modalidades que sucedem a utilização da terminologia incluída por razões de esclarecimento, e pretende-se que sejam entendidas no significado mais amplo incluindo todas as técnicas equivalentes pelos indivíduos versados na técnica. Os componentes poliméricos apresentados nesta invenção proporcionam aos versados na técnica, em detalhes, a amplitude do método conforme descrito, e não têm a intenção de limitar o escopo da invenção.

30 Os poliésteres que são qualificados como polímeros cristalinos pela presente invenção apresentam a fórmula estrutural geral:



R. sub.1.0] .sub.x. [(C=O) R. sub.2.0] .sub.y. R.sub.l e R. sub.2 aqui descrita incluem porções substituídas alifáticas, ciclo alifáticas, aromáticas e suspensas que incluem, porém não se limitam a, halogênios, funcionalidades nitro, grupos alquila e arila, e podem ser as mesmas ou diferentes. Com mais preferência, os poliésteres aqui descritos incluem poli (tereftalato de etileno) ou PET, poli (tereftalato de trimetileno) ou PTT, poli (tereftalato de butileno) ou PBT, poli (naftalato de etileno) ou PEN, ácido polilático ou PLA e poli (alfa-hidroxiálcanoatos) ou PHA. As poliamidas que são qualificadas como polímeros cristalinos pela presente invenção apresentam a fórmula estrutural geral:

[N(H, R)R. sub.1.N(H, R)] .sub.x. [(C=O) R. sub.2. (C=O)] .sub .y e/ou [(C=O)R. sub. l.N(H,R)] .sub.x. [(C=O) R. sub.2.N (H, R)] .sub .y. R.sub.l e R. sub.2 aqui descrita inclui porções substituídas alifáticas, ciclo alifáticas, aromáticas e suspensas que incluem, porém não se limitam a, halogênios, funcionalidades nitro, grupos alquila e arila, e podem ser as mesmas ou diferentes. R aqui descrito inclui, porém não se limita a, porções alifáticas, ciclo alifáticas e aromáticas. Com mais preferência, as poliamidas inclui adipamida de politetrametileno ou náilon 4,6, adipamida de poliexametileno ou náilon 6,6, sebacamida de poli hexametileno ou náilon 6,10, poli (hexametilenodiamina-co-ácido dodecanodióico) ou náilon 6,12, policaprolactama ou náilon 6, poliheptanolactama ou náilon 7, poliundecanolactama ou náilon 11 e polidodecanolactama ou náilon 12.

Os policarbonatos que são qualificados como polímeros cristalinos pela presente invenção apresentam a fórmula estrutural geral:

[(C=O) OR. sub.1.0] .sub.x. [(C=O) OR. sub.2.0] .sub.y. R.sub.l e R. sub.2 aqui descrita inclui porções substituídas alifáticas, ciclo alifáticas, aromáticas e suspensas que incluem, porém não se limitam a, halogênios, funcionalidades nitro, grupos alquila e arila, e podem ser as mesmas ou diferentes. Com mais preferência, os policarbonatos incluem bisfenol e carbonatos de bisfenol substituídos, onde o bisfenol apresenta a fórmula estrutural HOPhC (CH. sub.3) .sub.2.PHOH ou HOPhC (CH. sub.3) . (CH. sub.2. CH. sub3) .PhOH, onde o Ph descreve o anel fenila e os substituintes incluem,

porém não limitados a, funcionalidades de alquila, cicloalquila, arila, halogênio e nitro.

Os poliuretanos que são qualificados como polímeros cristalinos pela presente invenção apresentam a fórmula estrutural geral:

5 $[(C=O) OR. sub.1. N (H7R)] . sub.x [(C=O) OR. sub.2.N (H, R)$
 .sub .y. R.sub.1 e R. sub.2 aqui descrita inclui porções substituídas alifáticas, ciclo alifáticas, aromáticas e suspensas que incluem, porém não se limitam a, halogênios, funcionalidades nitro, grupos alquila e arila, e podem ser as mesmas ou diferentes. R aqui descrito inclui, porém não se limita a, porções
 10 alifáticas, ciclo alifáticas e aromáticas. Com mais preferência, os poliuretanos incluem copolímeros de poliuretano de poliéter e/ou poliuretano de poliéster que incluem metilenobis (fenilisocianato).

Os poliésteres e copolímeros adicionais não descritos anteriormente, as poliamidas e copolímeros, policarbonatos e copolímeros, e poliuretano e copolímeros que são qualificados como polímeros cristalinos pela
 15 presente invenção podem ser constituídos por ao menos um diol incluindo etileno glicol, 1,2-propileno glicol, 1,3-propileno glicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, 1,5-pentanodiol, 1,3-hexanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentil glicol, decametileno glicol, dodecametileno glicol, 2-butil- 1,3-propanodiol, 2,2-
 20 dimetil-1, 3-propanodiol, 2,2-dietil- 1,3-propanodiol, 2-etil- 2-isobutil- 1,3-propanodiol, 2-metil-1, 4-pentanodiol, 3-metil- 2,4-pentanodiol, 3-metil- 1,5-pentanodiol, 2,2,4-trimetil- 1,3-pentanodiol, 2-etil- 1,3-hexanodiol, 2,2,4-trimetil- 1, 6-hexanodiol, 1,2-cicloexanodiol, 1,4-cicloexanodiol, 1, 2-cicloexano dimetanol, 1,3-cicloexano dimetanol, 1,4-cicloexano dimetanol,
 25 dietileno glicol, trietileno glicol, polietileno glicol, dipropileno glicol, tripropileno glicol, polipropileno glicol, politetrametileno glicol, catecol, hidroquinona, isossorbeto, 1,4-bis (hidroximetil)-benzeno, 1,4-bis (hidroxietóxi)-benzeno, 2,2-bis (4-hidroxifenil) propano e isômeros dos mesmo.

Outros poliésteres e copolímeros, poliamidas e copolímeros, policarbonatos e copolímeros, e poliuretanos e copolímeros que são qualificados como polímeros cristalinos pela presente invenção podem ser constituídos por ao menos uma lactona ou hidroxiácido que incluem butirolactona,
 30

caprolactona, ácido láctico, ácido glicólico, ácido 2-hidróxi etóxi acético, 3-ácido hidróxi propóxi acético e ácido 3-hidróxi butírico.

Outros poliésteres e copolímeros, poliamidas e copolímeros, polycarbonatos e copolímeros, e poliuretanos e copolímeros que são qualificados como polímeros cristalinos pela presente invenção podem ser constituídos por ao menos um diácido que inclui ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico e isômeros, ácido estilbeno dicarboxílico, ácido 1,3-cicloexano dicarboxílico, ácidos difenil dicarboxílicos, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido azelaico, ácido sebáico, ácido fumárico, ácido pimélico, ácido undecanodióico, ácido octadecanodióico e ácido cicloexanodiacético.

Outros poliésteres e copolímeros, poliamidas e copolímeros, polycarbonatos e copolímeros, e poliuretanos e copolímeros que são qualificados como polímeros cristalinos pela presente invenção podem ser constituídos por ao menos um diéster que inclui ftalato de dimetila ou dietila, isoftalato de dimetila ou dietila, tereftalato de dimetila ou dietila, naftaleno-2,6-dicarboxilato de dimetila e isômeros.

Outras poliamidas e copolímeros, poliésteres e copolímeros, polycarbonatos e copolímeros, e poliuretanos e copolímeros que são qualificados como polímeros cristalinos pela presente invenção podem ser constituídos por diaminas que incluem 1,3-propanodiamina, 1,4-butanodiamina, 1,5-pentanodiamina, 1,6-hexanodiamina, 1,8-octanodiamina, 1,10-decanodiamina, 1,12-dodecanodiamina, 1,16-hexadecanodiamina, fenilendiamina, 4,4'-diamino difeniléter, 4,4'-diamino difenilmetano, 2,2-dimetil 1,5-pentanodiamina, 2,2,4-trimetil, 1,5-pentanodiamina e 2,2,4-trimetil-1,6-hexanodiamina.

Outras poliamidas e copolímeros, poliésteres e copolímeros, polycarbonatos e copolímeros, e poliuretanos e copolímeros que são qualificados como polímeros cristalinos pela presente invenção podem ser constituídos por ao menos uma lactama ou aminoácido que incluem propiolactama, pirrolidinona, caprolactama, heptanolactama, caprilactama, nonanolactama, decanolactama, undecanolactama e dodecanolactama.

E, outros poliuretanos e copolímeros, poliésteres e copolímeros, poliamidas e copolímeros, e policarbonatos e copolímeros que são qualificados como polímeros cristalinos pela presente invenção podem ser constituídos por ao menos um isocianato que inclui diisocianato de 4,4'-difenilmetano e isômeros, diisocianato de tolueno, diisocianato de isoforona, diisocianato de hexametileno, diisocianato de etileno, 4,4'-metilenobis (fenilisocianato) e isômeros, diisocianato de xilileno e isômeros, diisocianato de tetrametil xilileno, diisocianato de 1,5-naftaleno, diisocianato de 1,4-cicloexila, difenilmetano- 3,3'-dimetóxi- 4,4'-diisocianato, diisocianato de 1,6-hexano, 1,6-
5 diisocianato- 2,2,4,4-tetrametilexano, 1,3-bis (isocianatometil) cicloexano e diisocianato de 1,10-decano.

Um sistema de peletização submerso em água para uso junto à presente invenção é mostrado, de forma esquemática, na Figura 1. O sistema de peletização submerso em água é designado, em geral, pela referência numérica 10 e inclui um peletizador submerso em água 12, tal como um peletizador submerso em água Gala, com o centro e lâminas cortantes 14
15 expostas na vista separada da caixa d'água 16 e da placa de matriz 18.

No sistema de peletização submerso em água 10, os polímeros a serem processados são alimentados por cima usando um tonel ou funil de polímero 160 (veja a Figura 6), tipicamente, em uma extrusora 155 e são submetidos ao cisalhamento e calor para o derretimento do polímero. Os poliésteres e poliamidas são tipicamente extrudados a partir de cerca de 200°C a cerca de 300°C. As formulações de adesivos termofundíveis são tipicamente extrudadas a partir de cerca de 100°C a cerca de 200°C. Os polycarbonatos são tipicamente extrudados a partir de cerca de 225°C a cerca de 350°C, e os poliuretanos são tipicamente extrudados a partir de cerca de 175°C a cerca de 300°C. O polímero fundido é alimentado no filtro (screen changer) 20 (veja Figura 1) para remover quaisquer partículas sólidas ou material estranho. A fusão continua a alimentar através da bomba de engrenagem 22, que proporciona uma taxa de fluxo leve e controlada na válvula desviadora de polímero 24 e nos furos da matriz na placa da matriz 18. Os filamentos de polímero fundido formados por extrusão através dos furos da
20
25
30

matriz entram na caixa d'água 16 e são cortados pelos centros e lâminas cortantes giratórios 14 para formar os péletes ou grânulos desejados. Este processo, conforme aqui descrito, é exemplar por natureza e outras configurações alcançam o fluxo polimérico desejado, já que são prontamente entendidos por um indivíduo versado na técnica e/ou de outra forma definidos de acordo com a técnica anterior são incluídos no escopo da invenção.

A técnica anterior tem demonstrado as diversas modificações e aditivos ao processo de extrusão que são úteis na redução da degradação do extrudado térmica ou oxidativamente. Entre essas adaptações incluem-se a remoção a vácuo de bioprodutos e monômeros em excesso, redução de hidrólise, controle de despolimerização catalítica, inibição de catalisadores de polimerização, proteção do grupo final, acentuação do peso molecular, extensão da cadeia do polímero e uso de purgas de gás inerte.

A água entra na caixa d'água 16 através do tubo 26 e remove rapidamente os péletes então formados da face da matriz para formar um pélete e pasta fluida de água. A água de processo circulada através da caixa d'água do peletizador incluída nesta invenção não tem caráter limitativo e pode conter aditivos, co-solvente e auxiliares de processamento conforme a necessidade com o fim de facilitar a peletização, evitar a aglomeração e/ou manter o fluxo de transporte conforme será entendido pelos indivíduos versados na técnica. A pasta fluida de água do pélete formada deixa a caixa d'água através do tubo 28 e é conduzida na direção do secador 32 através da linha de pasta fluida 30.

De acordo com esta invenção, injeta-se ar no na linha de pasta fluida do sistema 30 no ponto 70, de preferência, adjacente à saída da caixa d'água 16 e próximo ao começo da linha de pasta fluida 30. O local preferido 70 para injeção de ar facilita o transporte dos péletes mediante o aumento da taxa de transporte e facilitando a aspiração da água na pasta fluida, desta forma permitindo que os péletes e grânulos retenham calor latente suficiente para produzir a cristalização desejada. Ar a alta velocidade é injetado, de forma conveniente e econômica na linha de pasta fluida 30 no ponto 70 utilizando linhas de ar comprimido convencionais tipicamente disponíveis em

instalações industriais, tal como um compressor pneumático. Pode-se utilizar outro gás inerte incluindo, porém não limitado a nitrogênio, de acordo com esta invenção para conduzir os péletes a uma velocidade alta conforme descrito. Este fluxo de ar a alta velocidade ou de gás inerte é alcançado usando

5 o gás comprimido que produz um volume de fluxo de ao menos 100 metros.cub.3/horas utilizando uma válvula esférica padrão para regulação de uma pressão de ao menos (8 bar) na linha de pasta fluida 30 cujo diâmetro de tubo padrão tem, de preferência, um diâmetro de tubo de 3,81 centímetros (1,5 polegada).

10 Aos indivíduos versados na técnica, as taxas de fluxo e os diâmetros de tubo podem variar de acordo com o volume de rendimento, nível de cristalinidade desejado e tamanho dos péletes e grânulos. O ar a alta velocidade ou o gás inerte entram em contato com a pasta fluida de água do pélete gerando vapor d'água por aspiração, e dispersa os péletes por toda

15 linha de pasta fluida propagando estes péletes em velocidade aumentada ao secador 32, de preferência, a uma taxa menor que um segundo da caixa d'água 16 até a saída do secador 34. A aspiração a alta velocidade produz uma mistura de péletes em uma mistura de ar/gás que pode se aproximar de 98 a 99% em volume de ar na mistura gasosa.

20 A Figura 5 mostra uma disposição preferencial para a injeção de ar na linha de pasta fluida. A pasta fluida de água/pélete deixa a caixa d'água do peletizador 102 na linha de pasta fluida 106 (Figura 4) através do vidro transparente 112 acima do cotovelo angulado 114 que o ar comprimido é injetado a partir da válvula 120 através da linha de pasta fluida angulada

25 116 e acima do cotovelo ampliado 118 através da entrada do secador 110 e no secador 108. Prefere-se que a injeção de ar no cotovelo angulado 114 esteja alinhada com os eixos geométricos da linha de pasta fluida 116, proporcionando o efeito máximo de da injeção de ar na pasta fluida de pélete/água resultando em aspiração constante da mistura.

30 O ângulo formado entre o eixo geométrico vertical da linha de pasta fluida 116 e o eixo geométrico longitudinal da dita linha de pasta fluida 116 pode variar de 0° a 90° ou mais, conforme exigido pela variância de altu-

ra do peletizador 102 relativa à altura da entrada 110 até o secador 108. Esta diferença em altura ocorre devido ao posicionamento físico do secador 108 em relação ao peletizador 102 ou pode ser uma consequência da diferença de tamanhos do secador e peletizador. De preferência, o ângulo se encontra dentro da faixa de 30° a 60°, sendo que o ângulo mais preferencial é de 45°. O cotovelo ampliado 118 na entrada do secador 110 facilita a transição da pasta fluida de pélete/água aspirada a alta velocidade a partir da linha de pasta fluida de entrada 116 na entrada do secador 110 e reduz a velocidade da pasta fluida do pélete no secador 108.

10 A posição preferencial do equipamento, conforme mostrado na Figura 5, permite o transporte dos péletes a partir do peletizador 102 até a saída do secador 108 em, aproximadamente, um segundo, o que minimiza a perda de calor dentro do pélete. Isto ainda é otimizado mediante a inserção de um segundo mecanismo de válvulas, ou, com mais preferência, de uma
15 segunda válvula esférica 150, depois da porta de injeção de ar 120. Esta válvula esférica adicional permite uma melhor regulação do tempo de permanência dos péletes na linha de pasta fluida 116 e reduz qualquer vibração que possa ocorrer na linha de pasta fluida. A segunda válvula esférica permite uma pressurização adicional do ar injetado dentro da câmara e aprimora a
20 aspiração da água a partir da pasta fluida de pélete/água. Isto se torna especialmente importante, já que o tamanho dos péletes e grânulos diminuem de tamanho.

Os péletes são ejetados através da saída 126 do secador 108 e são, de preferência, direcionados a uma unidade vibratória, como um condutor vibratório 84 ilustrado esquematicamente nas Figuras 2a e 2b. A agitação resultante da ação vibratória do condutor vibratório 84 permite que calor seja transferido entre os péletes à medida que eles entram em contato com outros péletes e componentes do condutor vibratório. Isto promove uma melhor uniformidade de temperatura e resulta em uma cristalinidade aprimorada e
25 mais uniforme dos péletes e grânulos. A agitação alivia a tendência de os péletes aderirem entre si e/ou aos componentes do condutor vibratório como uma consequência da temperatura elevada do pélete.
30

O tempo de permanência dos péletes e grânulos no condutor vibratório contribui para o grau desejado de cristalização a ser alcançado. Quanto maior for o pélete maior o tempo de permanência. Tipicamente, o tempo de permanência é de cerca de 20 segundos a cerca de 120 segundos ou maior, de preferência, de 30 segundos a 60 segundos, e com mais preferência, cerca de 40 segundos, para permitir que os péletes se cristalizem até o grau desejado, e para permitir que os péletes se resfriem para manipulação. Os péletes maiores reterão mais calor e se cristalizam mais rapidamente que os menores. Inversamente, quanto maior o tamanho do pélete, maior o tempo de permanência necessário para o pélete resfriar para propósitos de manipulação. A temperatura desejada do pélete para o empacotamento final é, tipicamente, menor que a temperatura que seria necessária para um processamento adicional. Genericamente, observa-se que as temperaturas abaixo da temperatura de cristalização, $T_{sub.c}$, do pélete são suficientes para processamento adicional, embora as temperaturas abaixo da temperatura de transição vítrea, $T_{sub.g}$, sejam apropriadas para o empacotamento. Os valores obtidos por calorimetria exploratória diferencial medida no modo de resfriamento são bons indicadores das temperaturas conforme aqui identificado.

Outros métodos de resfriamento ou métodos além de um condutor vibratório podem ser usados para permitir que os péletes que saem do secador tenham tempo suficiente para cristalizar e, subsequentemente resfriar para manipulação. Por exemplo, uma diretriz alternativa para a atual invenção é o sistema de cristalização de pélete (PCS), comercializado junto a Gala. O PCS Gala é ilustrado nas Figuras 6 e 7. O PCS Gala proporciona uma cristalização e resfriamento adicional mediante a passagem do pélete e pasta fluida de água através da válvula de admissão 201 no recebedor de aglomerado 202 através da válvula de admissão do tanque 205 e em um tanque equipado com um agitador representado como 206 na Figura 7. Após o preenchimento de água inicial através da válvula de preenchimento de água 204, a pasta fluida de pélete/água é alternativamente introduzida em três tanques separados permitindo que um tempo adicional para o resfria-

mento e cristalização com agitação evite a aglomeração dos péletes ou grânulos. Os detalhes do processo atual são descritos na literatura do produto e uma breve discussão está aqui inclusa para propósitos ilustrativos. A pasta fluida do pélete resfriado deixa o tanque apropriado através da válvula de drenagem 207, e é transportada através do tubo de transporte 210 através da bomba de processo 209 até o secador 32 através da entrada do secador 33 na Figura 1 conforme detalhado anteriormente.

Como uma alternativa, o PCS Gala pode ser fixado em seqüência depois do secador 108 ou depois do condutor vibratório 84, permitindo que uma cristalização adicional dos péletes seja alcançada. Conforme descrito acima, a água incluindo os aditivos e co-solventes de processamento estão contidos no escopo do processo. A temperatura da água ou das soluções contendo água pode ser controlada em um, dois, ou todos os três tanques, e podem ser as mesmas ou diferentes em cada um dos tanques para conferir uma cristalinidade maior. À medida que o grau de cristalização aumenta a temperatura de cristalização também aumenta e a temperatura de processamento pode ser aumentada para produzir um grau de cristalinidade ainda maior. Conforme tem sido historicamente demonstrado, a cristalinidade aumentada confere propriedades aprimoradas na maioria dos polímeros e as condições podem ser otimizadas de acordo com os ganhos necessários nessas propriedades desejáveis.

Os péletes e grânulos do secador 108 ou do condutor vibratório 84 podem ser embalados ou armazenados conforme a necessidade. Eles também podem ser transferidos à policondensação de estado sólido ou polimerização de estado sólido, aqui identificada como "SSP", e extensamente detalhada na técnica anterior. O uso da agitação com fluxo de co-corrente ou contracorrente de gás inerte, preferencialmente gás nitrogênio, e temperaturas elevadas é um componente comum do processo de SSP. Este processo requer cristalização aprimorada proporcionada pela atual invenção para evitar aglomeração dos péletes e grânulos nas temperaturas necessárias para a operação apropriada do processo de SSP. O peso molecular aumentado, que é resultado do processo de SSP, permite que polímeros claros e amor-

fos sejam obtidos. As aplicações e usos são bem revelados na técnica anterior. Descrever as condições de processamento para os diversos polímeros aqui contidos apropriados para o SSP está além do escopo deste pedido.

Embora a presente invenção tenha sido descrita especificamente em relação aos diversos polímeros cristalinos, outros polímeros cristalinos, presentemente conhecidos ou a serem descobertos no futuro podem ser processados de acordo com a presente invenção. Consequentemente, não se pretende que a presente invenção seja limitada a qualquer polímero cristalino particular ou grupo de polímeros cristalinos, porém, se pretende

5
10

que a invenção abranja todos os polímeros cristalinos.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para processamento de polímeros cristalinos em péletes utilizando um aparelho que inclui um peletizador submerso em água e um secador, sendo que o dito método compreende:

5 extrudar os filamentos de um polímero cristalino através de uma placa de matriz para corte no dito peletizador submerso em água;

cortar os filamentos de polímero em péletes em uma câmara de corte do dito peletizador;

10 transportar os ditos péletes para fora da dita câmara de corte até o dito secador como uma pasta fluida de água e pélete; e

injetar um gás a alta velocidade na dita pasta fluida de água e pélete para gerar uma mistura de vapor d'água e aumentar a velocidade dos péletes dentro e fora do dito secador; e

15 cristalizar os ditos péletes que saem do dito secador utilizando calor interno retido pelos ditos péletes.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, onde os ditos péletes que saem do dito secador são manipulados para evitar aglomeração.

20 3. Método de acordo com a reivindicação 2, onde os ditos péletes que saem do dito secador são agitados para evitar aglomeração e para alcançar uma cristalinidade desejada a partir do calor interno retido.

4. Método de acordo com a reivindicação 1, onde os ditos péletes saem do dito secador a uma temperatura média acima de cerca de 135°C, de preferência, acima de cerca de 145°C.

25 5. Método de acordo com a reivindicação 1, onde a cristalização dos ditos péletes é de 30% ou maior, de preferência, de 35% ou maior, e com mais preferência, de 40% ou maior.

30 6. Método de acordo com a reivindicação 1, onde a dita etapa de transportar os ditos péletes para fora do dito peletizador até o dito secador inclui transportar a dita pasta fluida, de forma ascendente, em um ângulo a partir da vertical entre 30° e 60°, de preferência, cerca de 45°.

7. Método de acordo com a reivindicação 1, onde o dito gás pressurizado é ar.

8. Método de acordo com a reivindicação 1, onde o dito gás é injetado substancialmente alinhado a uma direção de fluxo da dita pasta fluida de água e pélete.

5 9. Método de acordo com a reivindicação 1, onde o dito gás a alta velocidade é injetado a uma taxa de fluxo de ao menos 100 metros cúbicos por hora a uma pressão de 800 kPa (8 bar).

10. Método de acordo com a reivindicação 1, onde a dita mistura de vapor tem um componente de gás de cerca de 98% em volume.

10 11. Método de acordo com a reivindicação 1, onde o gás injetado na dita pasta fluida aumenta a velocidade de fluxo do pélete a partir do peletizador até uma saída do dito secador a uma taxa menor que cerca de um segundo.

15 12. Método de acordo com a reivindicação 1, onde a cristalização dos ditos péletes ocorre utilizando apenas o calor interno retido da extrusão e na ausência de qualquer etapa de aquecimento secundária, enquanto passam através do dito aparelho.

13. Método para processamento de polímeros cristalinos em péletes, que compreende:

20 extrudar um polímero cristalino em filamentos;
cortar os filamentos extrudados em péletes em um fluxo de água;

transportar os ditos péletes no fluxo de água como uma pasta fluida de água e pélete;

25 injetar um gás inerte e uma alta velocidade na dita pasta fluida de água e pélete, de tal modo que os ditos péletes retenham calor suficiente para cristalização do dito polímero sem a aplicação de calor externo; e

secar e agitar os ditos péletes para alcançar uma cristalinidade desejada a partir do calor retido.

30 14. Método de acordo com a reivindicação 13, onde a dita cristalinidade desejada é de 30% ou maior, de preferência, de 35% ou maior, e com mais preferência, de 40% ou maior.

15. Método de acordo com a reivindicação 13, onde o gás inje-

tado na dita pasta fluida aumenta a velocidade de fluxo do pélete a partir de um peletizador na dita etapa de corte até uma saída do secador a uma taxa menor que cerca de um segundo.

5 16. Método de acordo com a reivindicação 13, onde o dito polímero é selecionado a partir do grupo que consiste em poliésteres e copolímeros, poliamidas e copolímeros, policarbonatos e copolímeros, e poliuretanos e copolímeros.

10 17. Método para processamento de polímeros cristalinos em péletes cristalizados através da utilização de um aparelho dotado de um peletizador submerso em água, um secador e tubulação de transporte entre eles o dito método compreendendo:

cortar os filamentos de um polímero cristalino em péletes no peletizador submerso em água;

15 transportar os ditos péletes para fora do dito peletizador e para dentro da dita tubulação de transporte como uma pasta fluida de água e pélete;

introduzir um gás inerte a alta velocidade na dita pasta fluida de água e pélete na dita tubulação de transporte para separar a água dos péletes dentro da dita tubulação de transporte; e

20 transportar a dita água e péletes para dentro do dito secador situado a jusante da dita introdução de gás, os ditos péletes saindo do dito secador com calor interno suficiente para cristalização dos ditos péletes.

25 18. Método de acordo com a reivindicação 17, onde o gás introduzido na dita pasta fluida aumenta uma velocidade do fluxo do pélete a partir do dito peletizador até uma saída do dito secador a uma taxa menor que cerca de um segundo.

30 19. Método de acordo com a reivindicação 17, onde a dita etapa de introduzir um gás a alta velocidade inclui a injeção do dito gás a uma taxa de fluxo de ao menos 100 metros cúbicos por hora a uma pressão de cerca de 800 kPa (8 bar).

20. Método de acordo com a reivindicação 17, onde o dito gás injetado produz uma mistura de vapor d'água com um componente de gás

de cerca de 98% em volume.

21. Método de acordo com a reivindicação 17, onde a cristalização dos ditos péletes ocorre utilizando apenas o dito calor interno retido a partir da extrusão e na ausência de qualquer etapa de aquecimento secundária enquanto passa através do dito aparelho.

22. Método de acordo com a reivindicação 17, onde o dito polímero é selecionado a partir do grupo que consiste em poliésteres e copolímeros, poliamidas e copolímeros, policarbonatos e copolímeros, e poliuretanos e copolímeros.

23. Método de acordo com a reivindicação 17, onde os ditos péletes que saem do dito secador são manipulados para evitar aglomeração.

24. Método de acordo com a reivindicação 23, onde os ditos péletes que saem do dito secador são agitados para evitar aglomeração e para alcançar uma cristalinidade desejada a partir do calor interno retido.

25. Aparelho para processar polímeros cristalinos em péletes, que compreende um peletizador submerso em água para cortar os filamentos de um polímero cristalino extrudado no dito peletizador em péletes, uma tubulação para introduzir água no dito peletizador, uma linha de pasta fluida para transportar uma pasta fluida de água e pélete para fora do dito peletizador e até um secador para secar os ditos péletes, um injetor para introduzir um acelerador de velocidade de pélete na dita pasta fluida de água e pélete e para aumentar a velocidade dos ditos péletes através do dito aparelho de processamento junto aos ditos péletes que saem do dito secador com calor interno suficiente para iniciar a cristalização dos ditos péletes, e uma unidade de agitação para receber os ditos péletes que saem do dito secador para evitar aglomeração e para conseguir uma cristalinidade desejada para os ditos péletes que utilizam o dito calor interno do pélete.

26. Aparelho de acordo com a reivindicação 25, onde o acelerador de velocidade de pélete é um gás inerte que se movimenta a uma taxa de fluxo de cerca de 100 a cerca de 175m³/hora.

27. Aparelho de acordo com a reivindicação 25, onde o dito aparelho compreende, ainda, um ou mais recipientes isoladores de calor que

servem para receber os ditos péletes fora do dito secador para alcançar uma cristalização desejada dos ditos péletes.

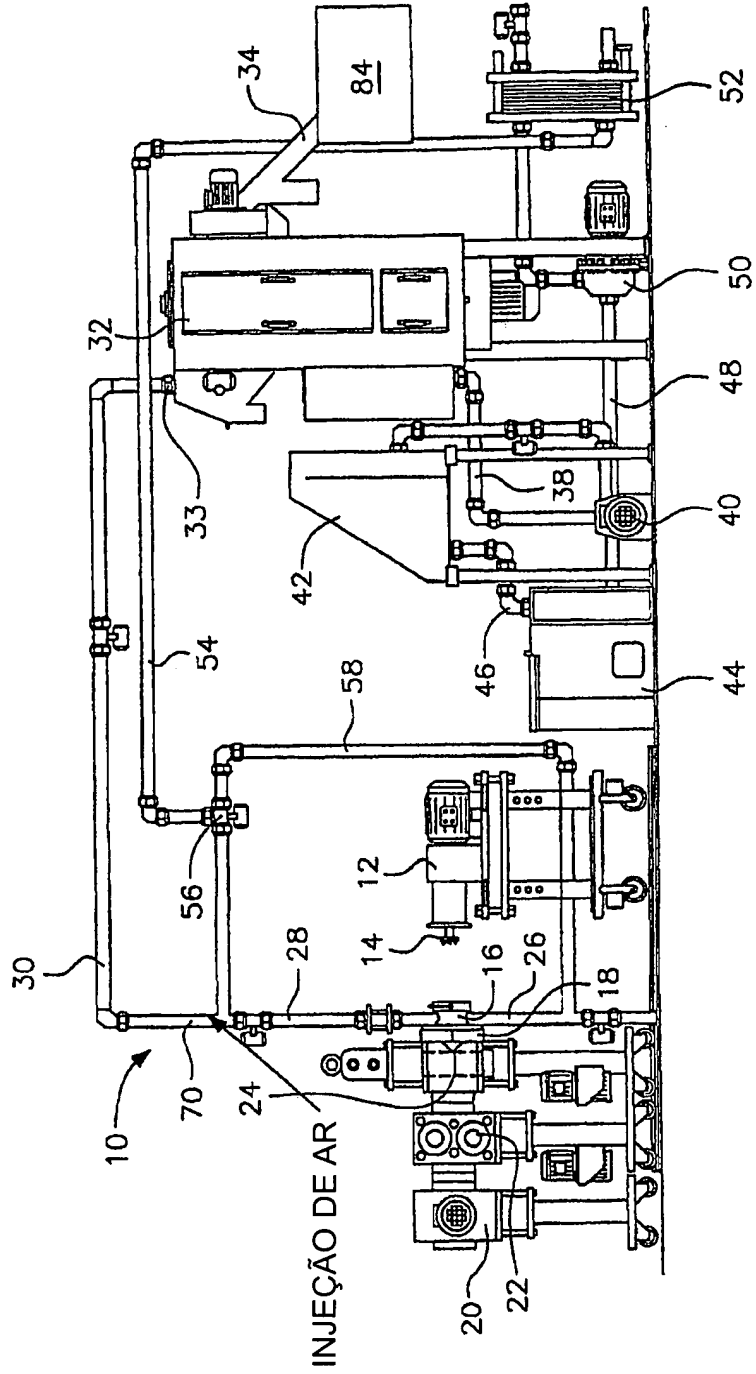
28. Aparelho de acordo com a reivindicação 25, onde uma porção da dita linha de pasta fluida é, em geral, vertical e outra porção é ascendentemente angulada em um ângulo entre 30° e 60° em relação a vertical, de preferência, cerca de 45°.

29. Aparelho de acordo com a reivindicação 25, onde a dita linha de pasta fluida inclui um cotovelo e uma porção reta, e o dito injetor de gás introduz o dito gás inerte no dito cotovelo substancialmente em alinhamento com um eixo geométrico longitudinal da dita porção reta.

30. Aparelho de acordo com a reivindicação 25, onde a dita linha de pasta fluida inclui uma extremidade de saída com um diâmetro alargado antes de entrar no dito secador.

31. Aparelho de acordo com a reivindicação 25, onde a dita linha de pasta fluida inclui uma seção genericamente vertical em relação ao dito peletizador, uma seção reta genericamente angulada em relação à dita seção genericamente vertical, e uma seção alargada em uma extremidade externa da dita porção reta geralmente angulada para reduzir a velocidade da pasta fluida dos ditos péletes que entram no dito secador.

FIG. 1



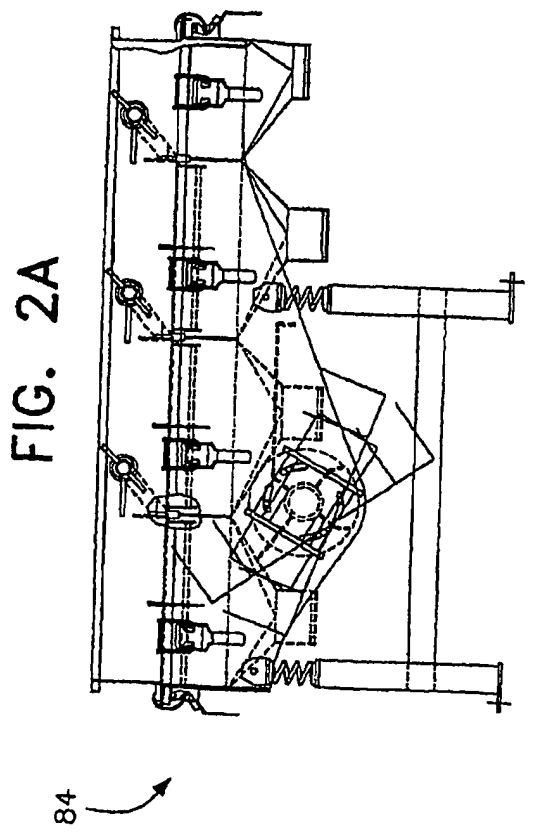
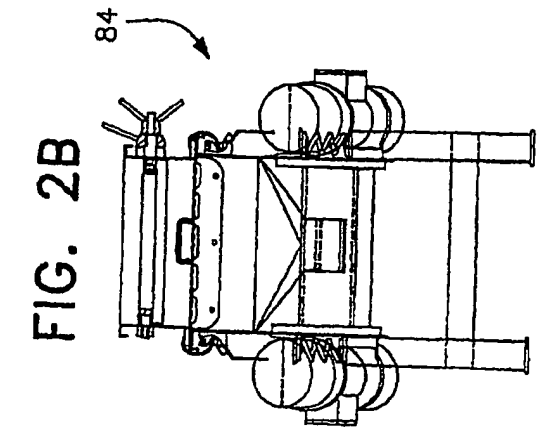


FIG. 3

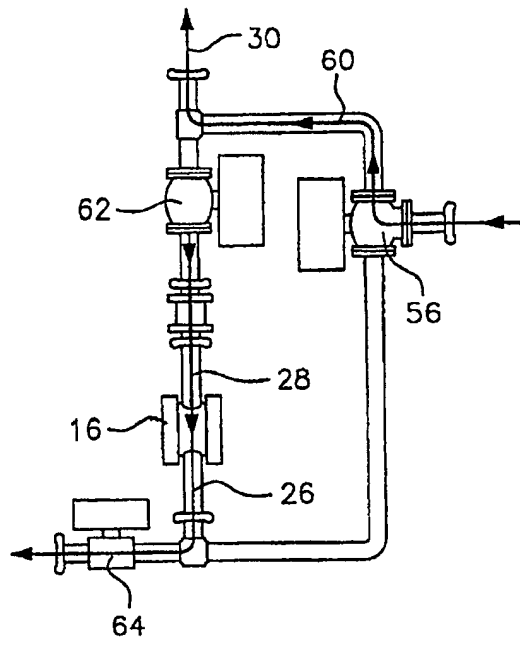


FIG. 4

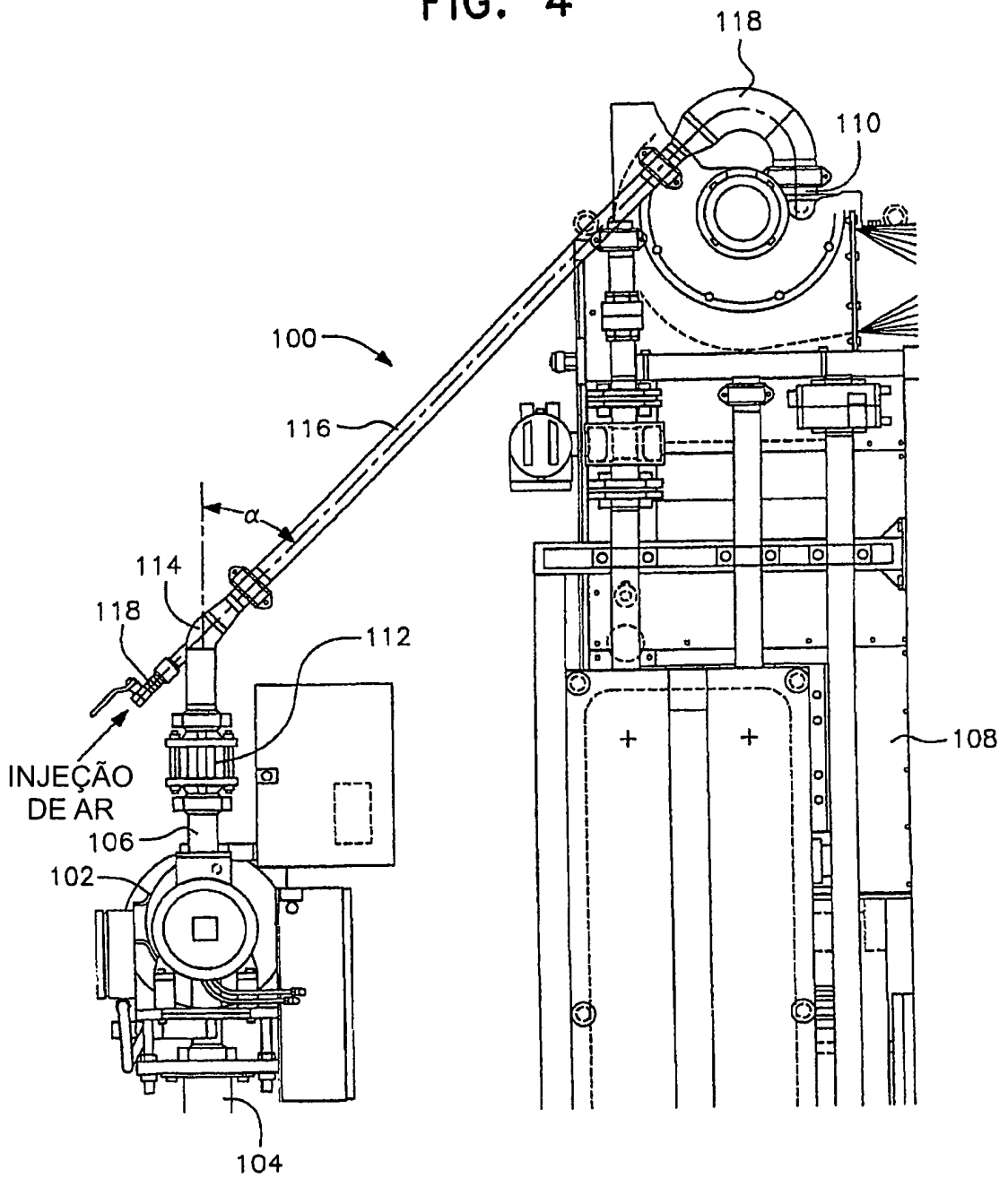


FIG. 5

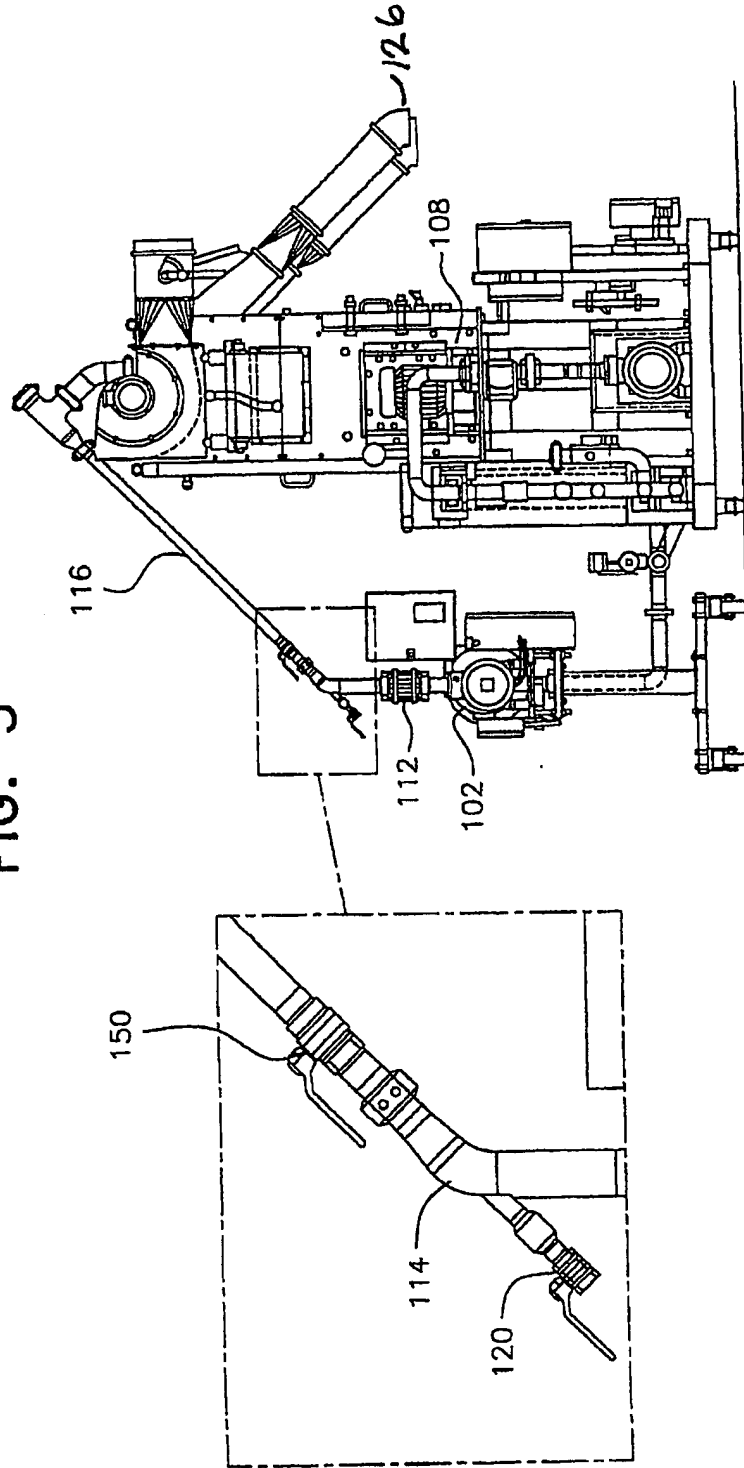


Fig. 6

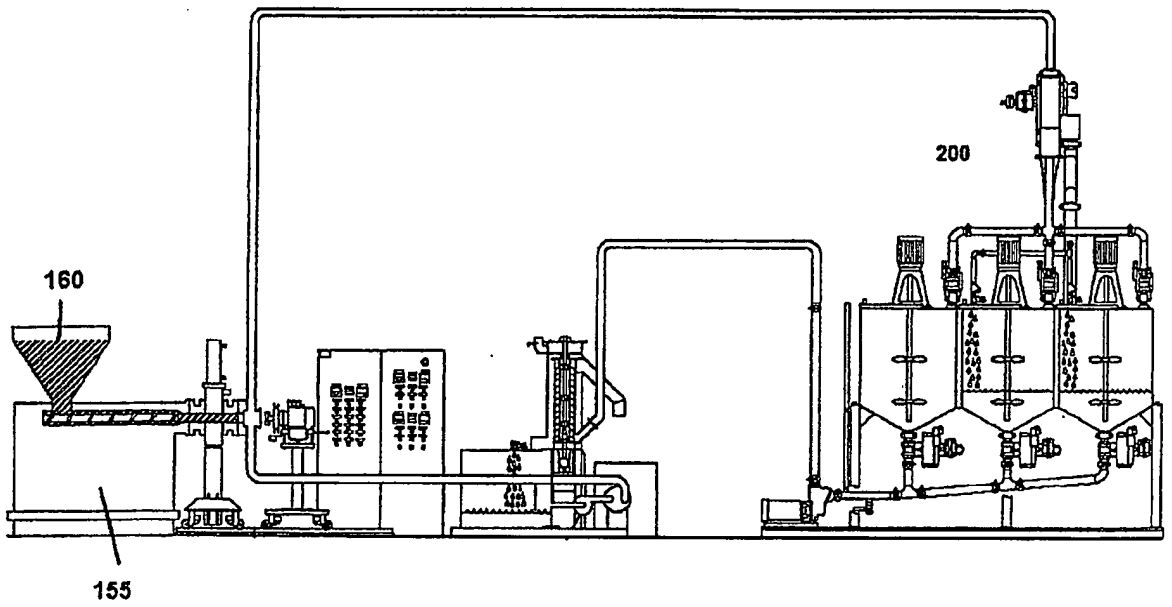
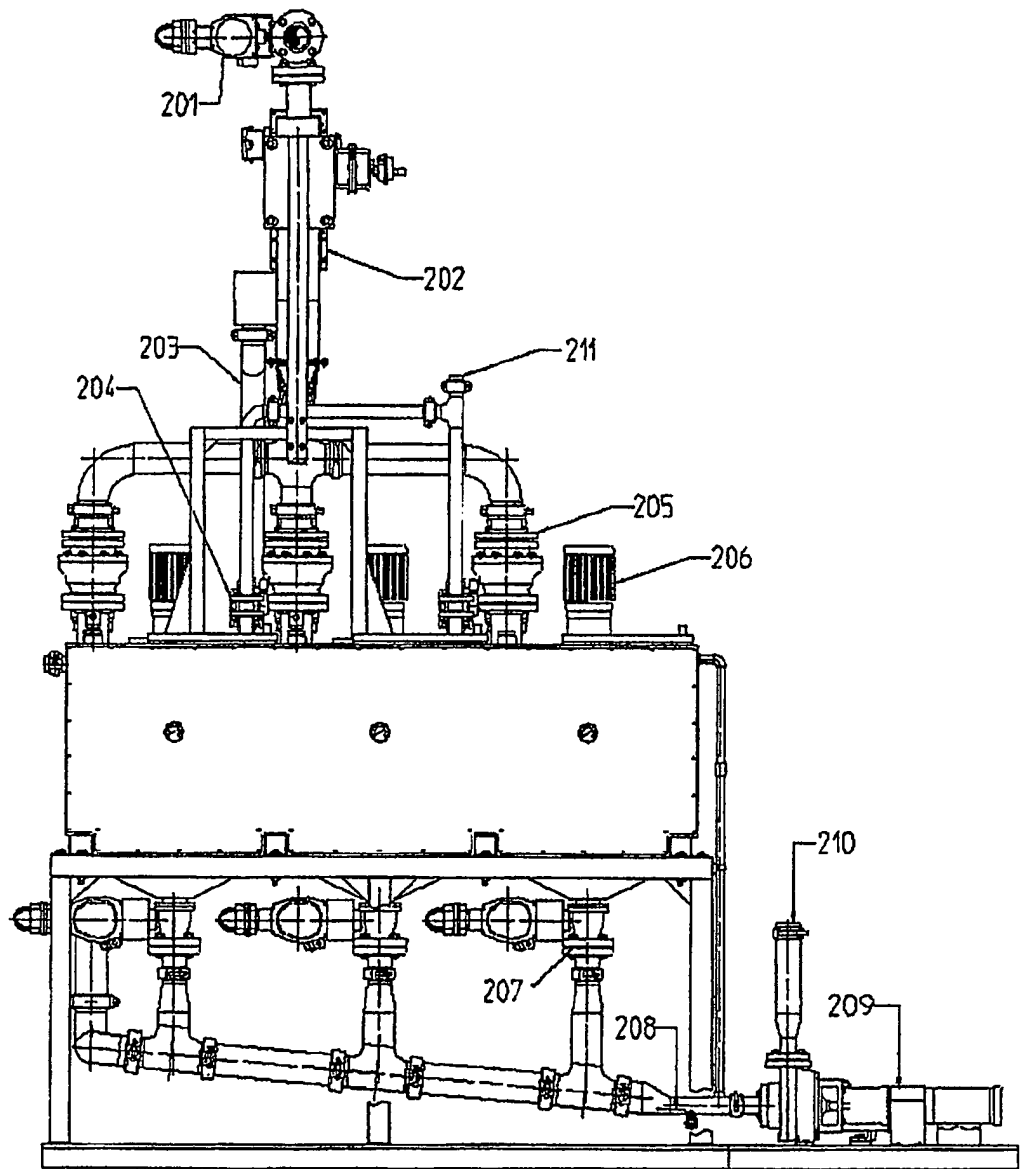


FIG. 7



RESUMO

Patente de Invenção: "**MÉTODO E APARELHO PARA FABRICAÇÃO DE PÉLETES E GRÂNULOS POLIMÉRICOS CRISTALINOS**".

Trata-se de um método e aparelho para peletização submersa em água e subsequente secagem de polímeros cristalinos a fim de cristalizar os péletes de polímero sem aquecimento subsequente. Injeta-se ar a alta velocidade ou outro gás inerte na linha de pasta fluida de água e pélete até o secador próximo à saída do peletizador a uma taxa de fluxo de cerca de 100 a cerca de 175 m³/hora, ou maior. Tal movimento de ar a alta velocidade forma uma mistura de vapor com água e aumenta significativamente a velocidade dos péletes dentro e fora do secador, de tal modo que os péletes de polímero deixem o secador com calor latente suficiente para induzir uma auto-cristalização dentro dos péletes. Um mecanismo de válvula na linha de pasta fluida depois da injeção de gás regula, ainda, o tempo de permanência do pélete e um condutor vibratório depois do secador ajuda os péletes a alcançarem o nível desejado de cristalinidade e a evitar a aglomeração.