



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 1009771-6 B1



(22) Data do Depósito: 23/02/2010

(45) Data de Concessão: 24/11/2020

(54) Título: PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE PARTÍCULAS DE POLIÉSTER COM ALTA CARGA EM UMA LINHA E DISPOSITIVO PARA PREPARAÇÃO DE UM POLIÉSTER TERMOPLÁSTICO

(51) Int.Cl.: B29B 9/06; B07B 4/08; C08G 63/78; C08G 63/80.

(52) CPC: B29B 9/06; B07B 4/08; C08G 63/78; C08G 63/80.

(30) Prioridade Unionista: 23/02/2009 DE 10 2009 009 957.3.

(73) Titular(es): POLYMETRIX AG.

(72) Inventor(es): MAURICIO RODRIGUES; FRANK GIGER; BRENT ALLAN CULBERT; ANDREAS CHRISTEL.

(86) Pedido PCT: PCT EP2010052248 de 23/02/2010

(87) Publicação PCT: WO 2010/094807 de 26/08/2010

(85) Data do Início da Fase Nacional: 23/08/2011

(57) Resumo: PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE PARTÍCULAS DE POLIÉSTER COM ALTA CARGA EM UMA LINHA. A invenção refere-se a um processo, assim como a um equipamento, para a preparação de um poliéster termoplástico com as seguintes etapas: a) preparação de partículas de prepolímero de poliéster, b) cristalização das partículas de prepolímero de poliéster para preparação de partículas de prepolímero de poliéster semicristalinas, c) aquecimento das partículas de prepolímero de poliéster semicristalinas até uma temperatura de reação apropriada para preparação de partículas de prepolímero de poliéster aquecidas, d) reação das partículas de prepolímero de poliéster aquecidas para preparação de partículas de polímero de poliéster com uma viscosidade intrínseca entre 0,70 e 0,95 dl/g. A reação na etapa d) ocorre em pelo menos um reator, através do qual as partículas escoam por gravidade. O tempo de residência no reator se situa entre 6 e 30 horas. As partículas são alimentadas pelo menos na etapa (d) com uma vazão mássica entre 40 e 100 toneladas por hora. A presente invenção se destaca pelo fato de que a velocidade de assentamento das partículas no reator se situa entre 2 e 6 metros por segundos.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para
**"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE PARTÍCULAS DE
POLIÉSTER COM ALTA CARGA EM UMA LINHA E DISPOSITIVO
PARA PREPARAÇÃO DE UM POLIÉSTER TERMOPLÁSTICO".**

[0001] A presente invenção refere-se a um processo para preparação de um poliéster termoplástico de acordo com o termo genérico da reivindicação 1.

[0002] Processos para a preparação de partículas de poliéster por meio de uma etapa de polimerização na fase de fundido e uma etapa de polimerização subsequente na fase sólida são conhecidos na prática. Para a melhoria da economicidade de tais processos são exigidas capacidades de carga cada vez maiores em uma linha de produção. Para a manipulação de elevadas cargas na fase sólida são necessários grandes reatores.

[0003] Em reatores com elevado diâmetro de tanque ocorre entretanto uma alta pressão de produto no reator, o que por sua vez limita a temperatura máxima permitida do reator e leva assim a tempos de residência mais elevados e a reatores ainda maiores. Caso o reator seja atravessado por um gás de processo, a perda de carga ao longo do reator aumenta com a altura do reator, o que por sua vez limita a quantidade de gás de processo, e assim igualmente leva a maiores tempos de residência, e a reatores ainda maiores. Ao mesmo tempo, os dispêndios com o edifício aumentam sempre mais devido à manipulação de grandes quantidades de produto por reatores grandes, caso o aquecimento das partículas tenha que ocorrer a um nível local acima do reator. Para evitar isso, partículas quentes de uma etapa de aquecimento podem ser alimentadas na entrada do reator.

[0004] Em reatores com altura elevada, as alturas manométricas também são elevadas. Em grandes alturas manométricas, o dano ao produto no transporte existe, entretanto, como fator limitante.

[0005] Para uma operação econômica é necessário assim limitar o tamanho do reator, a perda de carga no reator, e os custos de instalações. Ao mesmo tempo, é necessário disponibilizar um processo suave para o transporte de partículas quentes de prepolímero de poliéster.

[0006] É portanto tarefa da presente invenção disponibilizar um processo o mais econômico possível, que permita uma manipulação suave de grandes quantidades de partículas de poliéster na fase sólida.

[0007] O documento DE 102005025975A1 divulga reatores, os quais processam até 60 t/h de grânulos de poliéster. São fornecidos dados sobre o tempo de residência do material a ser processado no reator, o volume de reator e a proporção L/D do reator.

[0008] Não são entretanto fornecidos dados, sobre como a operação de cada reator precisa ser ajustada de forma ótima, para minimizar o risco de adesão do produto, a resistência a escoamento do gás e o dano a produto pelo transporte. É descrito que são empregados vários reatores acionados em série, com diversas alimentações de produto e várias correntes de gás de processo.

[0009] Comparado com o estado da técnica, a presente invenção possibilita predefinir as condições de processo, o dimensionamento do reator, e o dimensionamento do transporte para elevadas capacidades de escoamento através de um reator.

[00010] De acordo com a invenção, a tarefa é solucionada por um processo para preparação de um poliéster termoplástico com as características da reivindicação 1, de modo que a manipulação ocorre em uma fase sólida em reatores, através dos quais as partículas escoam em alta velocidade de assentamento, de forma a evitar adesão de produto às temperaturas as mais elevadas possíveis. Assim, segundo da reivindicação 1, o tratamento ocorre na fase sólida do poliéster em um reator, sendo que a velocidade de assentamento das partículas está entre 2 e 6 metros por hora.

[00011] Além disso, partículas de prepolímero de poliéster aquecidas são transportadas por meio de pelo menos uma etapa de transporte, de um nível inicial (H0) até um nível de alimentação (HR) no reator, sendo que o nível de alimentação (HR) está disposto acima do nível inicial (H0) e de preferência está disposto entre 40 e 80 m acima do nível inicial (H0).

[00012] Além disso as partículas de prepolímero de poliéster da etapa de preaquecimento são conduzidas de preferência através de um dispositivo removedor de poeira.

[00013] A presente invenção refere-se, além disso, a um dispositivo para preparação de um poliéster termoplástico que abrange

a) um reator de policondensação de fundido para preparação de partículas de prepolímero de poliéster com uma viscosidade intrínseca entre 0,35 e 0,75 dl/g

b) pelo menos um cristalizador de partículas de prepolímero de poliéster para preparação de partículas de prepolímero de poliéster parcialmente semicristalinas

c) pelo menos um preaquecedor para aquecimento das partículas de prepolímero de poliéster semicristalinas até uma temperatura de reação apropriada para a preparação de partículas de prepolímero de poliéster aquecidas,

d) pelo menos um reator para preparação de partículas de polímero de poliéster com uma viscosidade intrínseca entre 0,70 e 0,95 dl/g,

caracterizado pelo fato de que antes do preaquecedor c) está disposto um dispositivo de remoção de poeira,

o nível de entrada (HR) no reator se situa entre 40 e 80 m mais elevado do que o nível de saída H0 do preaquecedor c), e

o reator de preferência pode ser operado com uma vazão mássica entre 40 e 100 toneladas de partícula por hora, um tempo de

residência das partículas no reator entre 6 e 30 horas e uma velocidade de assentamento das partículas no reator entre 2 e 6 metros por hora.

[00014] De acordo com uma forma de execução preferida o processo de acordo com a invenção deve ocorrer em reatores, pelos quais escoam um fluxo gasoso, cuja perda de carga é limitada, para com isso poder empregar reatores que não são classificados como vaso de pressão. De acordo com a invenção o transporte das partículas ocorre sobre um longo trecho vertical em reatores elevados, sendo que é preferido um transporte suave do produto a uma velocidade de transporte reduzida, já que assim podem ser reduzidas a abrasão do produto e a formação de pó. De acordo com uma forma de execução preferida o processo de acordo com a invenção ocorre por meio de um transporte pneumático.

[00015] O processo de acordo com a invenção serve para preparação de um poliéster, sendo que em particular é preferida a preparação de tereftalato de polietileno ou de um seu copolímero.

[00016] Poliésteres tratam-se de um policondensado termoplástico, cristalizável, tal como por exemplo tereftalato de polietileno (PET), tereftalato de polibutileno (PTB), tereftalato de politrimetila (PTT), naftalato de polietileno (PEN) ou naftalato de politrimetila (PTN) que está presente como homopolímero ou como copolímero.

[00017] Poliéster é um polímero que é obtido por policondensação de seus monômeros, um componente diol e um componente ácido dicarboxílico. São empregados diversos componentes diol, na maioria lineares ou cíclicos com 2 até 10 átomos de C. Igualmente podem ser empregados diversos componentes de ácido dicarboxílico, na maioria aromáticos, normalmente com 1 até 3 anéis aromáticos. Ao invés dos ácidos dicarboxílicos podem também ser empregados seus diésteres correspondentes, em particular dimetilésteres.

[00018] Poliésteres são normalmente obtidos por uma reação de policondensação com dissociação de um produto de reação de baixo peso molecular. Com isso a policondensação pode ocorrer diretamente entre os monômeros ou em uma etapa intermediária, que em seguida é reagida por transesterificação, sendo que a transesterificação pode ocorrer por sua vez sob dissociação de um produto de reação de baixo peso molecular ou por polimerização com abertura de anel. O poliéster assim obtido é essencialmente linear, sendo que pode se originar um pequeno número de ramificações.

[00019] O poliéster pode se tratar de um novo material ou de um reciclado.

[00020] Ao poliéster podem ser adicionados aditivos. Como aditivos são apropriados por exemplo catalisadores, corantes e pigmentos, bloqueadores contra UV, coadjuvantes de processamento, estabilizantes, modificadores de cisalhamento, agentes expansores químicos e do tipo físico, preenchedores, agentes de nucleação, agentes inibidores de chama, amaciantes, barreiras ou partículas aperfeiçoadoras das propriedades mecânicas, corpos reforçados, tais como esferas ou fibras, assim como substâncias reativas, tais como por exemplo absorvedores de oxigênio, absorvedores de acetaldeído ou substâncias elevadoras do peso molecular etc.

[00021] Como catalisadores são empregados elementos metálicos, tais como por exemplo antimônio, germânio, alumínio ou titânio, ou também manganês, cobalto, zinco, estanho ou cálcio. O teor dos elementos metálicos no poliéster situa-se normalmente entre 5 e 400 ppm, sendo que é preferido um teor de antimônio entre 20 e 300 ppm, um teor de germânio entre 10 e 150 ppm, um teor de alumínio, um teor de manganês, um teor de cobalto, um teor de zinco, um teor de estanho, ou um teor de cálcio entre 10 e 200 ppm, ou um teor de titânio entre 5 e 20 ppm.

[00022] Um poliéster frequentemente utilizado sobretudo para preparação de corpos ocos, como por exemplo garrafas, é tereftalato de polietileno (PET).

[00023] O tereftalato de polietileno é obtido por policondensação com dissociação de produtos de reação de baixo peso molecular a partir de seus monômeros, um componente diol, e um componente ácido dicarboxílico. Assim os componentes diol consistem em sua maioria, em particular, de mais do que 90 % em mol de etilenoglicol (1,2 etanodiol) e em sua maioria de componentes ácidos dicarboxílicos, em particular mais do que 90 % em mol, de ácido tereftálico, sendo que o teor de comonômeros no total, normalmente, está entre 1 e 15 % em mol, em particular entre 2 e 10 % em mol.

[00024] Ao invés do ácido tereftálico, também podem ser empregados seus diésteres correspondentes, em particular dimetilésteres. O teor de comonômero corresponde assim à soma do teor de comonômero diol e do teor de comonômero do ácido dicarboxílico. O teor de comonômero é determinado como número molar dos comonômeros diol relativos ao número total de mols dos dióis. O teor de comonômero dos ácidos dicarboxílicos é determinado como número molar dos comonômeros dos ácidos dicarboxílicos relativo ao número total de mols por ácidos dicarboxílicos.

[00025] Como comonômeros podem ser empregados outros compostos diol e de ácido dicarboxílico lineares, cíclicos ou aromáticos. Comonômeros típicos são dietilenoglicol (DEG), ácido isoftálico (IPA) ou 1,4-bis-hidroximetil-ciclo-hexano (CHDM).

[00026] Como produtos de reação de baixo peso molecular originam-se por exemplo água, etilenoglicol, acetaldeído, metanol, assim como quaisquer outros dióis que ocorram.

[00027] Para preparação de partículas de prepolímero de poliéster deve ser preparado primeiramente um fundido de prepolímero de poli-

éster, que então é resfriado e moldado para formar partículas.

[00028] A preparação dos fundidos de prepolímero de poliéster ocorre assim por policondensação dos monômeros na fase líquida (policondensação nas fases de fundido). Normalmente a preparação dos fundidos de policondensado ocorre em um processo contínuo.

[00029] Assim ocorre, primeiramente, normalmente uma etapa para misturação de monômeros (preparação de pastas), uma etapa de esterificação e depois uma etapa de pré-policondensação sob vácuo. No processo de preparação de poliéster convencional segue-se igualmente sob vácuo uma etapa de policondensação em reator de alta viscosidade (também denominado Finisher). Com isso origina-se um prepolímero de poliéster com uma viscosidade intrínseca tipicamente entre 0,35 dl/g e 0,8 dl/g, em particular acima de 0,5 dl/g e abaixo de 0,7 dl/g. (Comparar por exemplo com: Modern Polyesters, Wiley Series em Polymer Science editado por John Scheirs, J. Wiley and Sons Ltd., 2003; capítulo 2.4.2). A preparação do poliéster também pode ocorrer em um processo em batelada (comparar por exemplo com: Modern Polyesters, Wiley Series em Polymer Science, editado por John Scheirs, J. Wiley & Sons Ltd., 2003; capítulo 2.4.1).

[00030] Alternativamente a etapa de policondensação acima mencionada no reator de alta viscosidade pode ser omitida. Com isso origina-se um prepolímero de poliéster de baixo peso molecular com uma viscosidade intrínseca tipicamente entre 0,2 dl/g e 0,5 dl/g, em particular acima de 0,3 dl/g e abaixo de 0,45 dl/g.

[00031] A preparação do fundido de prepolímero de poliéster ocorre alternativamente também por fusão de poliésteres como produto bruto. Isto pode ocorrer por exemplo por um amassador ou extrusor contínuo ou também em um reator de polimerização. Os poliésteres se apresentam assim na forma sólida, por exemplo, como grânulos, pós ou lascas. Normalmente é vantajoso secar o poliéster antes da fusão. Após a fu-

são pode ocorrer uma outra etapa de policondensação. Da mesma forma, um poliéster com viscosidade mais elevada pode ser conduzido a um nível de mais reduzido de viscosidade por meio de fusão e despolimerização.

[00032] O fundido de prepolímero de poliéster também pode ser preparado a partir de uma mistura de poliésteres recém-polimerizados e fundidos, sendo que poliéster fundido pode ser adicionado ao poliéster fresco, recém-polimerizado, ao final do trecho de polimerização ou a uma etapa intermediária.

[00033] Em particular quando poliésteres reciclados são fundidos, é vantajoso verificar o fundido antes de adicioná-lo ao fundido recém-polimerizado, através de uma medição in-line ou on-line das características da qualidade, tais como, por exemplo, viscosidade ou cor, para desviar quaisquer produtos de valor reduzido, tais como, por exemplo, para um dispositivo de granulação em separado, e impedir, com isso, uma impureza de um novo material. A medição in-line é realizada, portanto, diretamente no prepolímero fundido. A medição on-line pode ocorrer em um fluxo lateral do fundido ou em um corpo de teste preparado a partir dele, meada, faixa, grânulo ou semelhantes.

[00034] Da mesma forma o fundido de prepolímero de poliéster é submetido a uma filtração, para eliminar impurezas sólidas, sendo que dependendo da viscosidade são empregadas peneiras com larguras de malha entre 5 e 150 μm .

[00035] De acordo com a invenção é preparado um fundido de prepolímero de poliéster com uma viscosidade intrínseca entre 0,35 e 0,75 dl/g, de preferência acima de 0,45 dl/g, em particular acima de 0,5 dl/g, e de preferência abaixo de 0,7 dl/g, em particular abaixo de 0,65 dl/g.

[00036] A viscosidade intrínseca (IV) indica assim a viscosidade da solução e é determinada segundo a seguinte instrução:

[00037] Para medição da viscosidade da solução é utilizada uma mistura de fenol/diclorobenzeno (50 : 50 % em peso) como solução. A amostra de poliéster é dissolvida durante 10 minutos a 130°C com uma concentração de 0,5% (0,5 g/dl). A medição da viscosidade relativa (R) é realizada a 25°C com um viscosímetro de Ubbelohde (segundo a instrução DIN nº 53728, parte 3, de janeiro de 1985).

[00038] A viscosidade relativa é o quociente da viscosidade da solução e da viscosidade do solvente puro, que é comparável com a proporção da velocidade de escoamento capilar correspondente. Com a equação de Huggins é calculado o valor da viscosidade intrínseca a partir da viscosidade relativa medida:

$$I.V. = \frac{\sqrt{1 + 4K_H(R.V. - 1)} - 1}{2 * c * K_H}$$

[00039] Com o método de medição acima (concentração polimérica C = 0,5 g/dl e a constante de Huggins $K_H = 0,35$) tem-se a equação:

$$I.V. = \frac{\sqrt{1 + 1,4(R.V. - 1)} - 1}{0,35} \quad (\text{dl/g})$$

[00040] A viscosidade do poliéster pode ser indicada como a viscosidade intrínseca (IV) ou como o peso molecular médio (média numérica : M_n). Para o cálculo de um valor IV medido em fenol : diclorometano = 1 : 1 no peso molecular médio é empregada a equação

$$IV = k * M_n^a$$

sendo que $k = 2,1 \text{ E-4}$ e $a = 0,82$.

[00041] Essa equação, em geral, é empregável em dados publicados, quando não são explicitamente indicados uma outra mistura de solvente e os fatores de cálculo a ela pertencentes.

[00042] A concentração dos grupos finais (EGN) pode ser calculada a partir do peso molecular médio com a equação:

$$EGN = 2E6/M_n,$$

sendo que M_n é empregado em g/mol e EGN resulta em mol/t.

[00043] Por meio da concentração dos grupos carboxila finais (C_{COOH}) e da concentração dos grupos finais pode ser calculado o teor dos grupos finais, sendo que para facilitar é levada em consideração apenas a presença de grupos finais hidroxila e carboxila, sendo que $EGN = C_{COOH} + C_{OH}$.

[00044] O teor dos grupos finais carboxila $X_{COOH} = C_{COOH} / EGN$;

[00045] O teor dos grupos finais hidroxila $X_{OH} = C_{OH} / EGN = (1 - X_{COOH})$

[00046] Assim C_{COOH} representa a concentração dos grupos finais carboxila em mol/t e C_{OH} a concentração de grupos finais hidroxila em mol/t.

[00047] De acordo com um modo de execução preferido da presente invenção as quantidades dos componentes diol e dos componentes ácido dicarboxílico, bem como as condições no processo de preparação do pré-poliéster, são selecionadas de tal forma que se origina um prepolímero com um teor de grupos carboxila finais entre 0,25 e 0,6, sendo que o teor de grupos carboxila finais de preferência está acima de 0,30, em particular acima de 0,35 e de preferência abaixo de 0,55, em particular abaixo de 0,5.

[00048] As partículas podem ser moldadas de diversas maneiras a partir do fundido de prepolímero de poliéster. É empregável uma cominuição de blocos, meadas, ou faixas que foram moldadas a partir do fundido polimérico ou uma moldagem direta de partículas, tal como, por exemplo, por gotejamento ou pulverização.

[00049] O resfriamento e moldagem dos fundidos de prepolímero de poliéster ocorrem normalmente por granulação.

[00050] Na granulação o fundido de prepolímero de poliéster é prensado, por exemplo, por um bico injetor com uma abertura (orifício)

ou uma variedade de aberturas, e é cortado ou gotejado.

[00051] As aberturas dos bicos injetores são normalmente redondas, e podem também apresentar um outro perfil, tal como por exemplo aberturas em forma de fenda. Deve-se procurar manter a quantidade de fluxo de produto por orifício de bico injetor, temporalmente ou localmente, em uma estreita faixa, sendo que o desvio padrão das quantidades individuais por produto deve ser mantido entre 0,1 e 10%. Para se obter isto, dependendo da posição de um orifício do bico injetor, seu diâmetro ou comprimento pode ser variado. Ao mesmo tempo, deve-se prestar atenção nos orifícios individuais aos bicos injetores, às condições de fluxo (pressão, velocidade, temperatura, viscosidade etc) as mais possivelmente homogêneas dos orifícios individuais.

[00052] O corte tanto pode ocorrer diretamente na saída do bocal ou, porém, somente após o decurso de um trecho de tratamento.

[00053] Com o resfriamento do fundido, o prepolímero de poliéster é reforçado. Isto pode ocorrer com o auxílio de um meio de refrigeração líquido (por exemplo água, etilenoglicol) ou meio de resfriamento na forma de gás (por exemplo ar, nitrogênio, vapor d'água), ou por contato com uma superfície fria, sendo que também são imagináveis combinações de meios de resfriamento.

[00054] O resfriamento tanto pode ocorrer ao mesmo tempo, como também antes ou depois da moldagem para formar partículas.

[00055] Processos de granulação conhecidos são, por exemplo, rotoformas, granulação por extrusão, granulação de água - anel, granulação subaquática ou granulação tipo "corte na cabeça" (também granulação hot face), bem como gotejamento ou atomização. Tais processos são descritos por exemplo nos documentos WO 00/23497 Matthaei, WO 01/05566 Glöckner et al., WO05/087838 Christei et al., WO 03/050463 Culbert et al. Assim como WO96/22179 Stouffer et al., que estão incluídos na presente invenção.

[00056] Se um meio de refrigeração líquido é empregado, então esse deve ser separado, o que em parte ocorre através de separadores simples, tais como peneiras ou grades, e adicionalmente por força centrífuga, por exemplo em uma secadora centrífuga, por uma colisão, por exemplo em um secador de impacto, e/ou por um fluxo gasoso.

[00057] O tamanho médio do grânulo deve estar entre 0,1 mm e 10 mm, de preferência entre 0,5 mm e 3 mm, e em particular entre 0,85 e 2,5 mm. Como tamanho de grânulo pode ser empregado o valor médio estatístico do diâmetro do grânulo médio, que é produzido da média da altura do grânulo, do comprimento do grânulo e largura do grânulo.

[00058] A distribuição de tamanho do grânulo deve ser mantida em um estreito espectro. É preferido o desvio padrão do peso do grânulo de 100 entre 2 e 20%. Os grânulos podem apresentar uma forma de grânulo definida, como por exemplo a forma cilíndrica, a forma esférica, a forma de gotas, formas semelhantes a esferas ou uma forma com design, como é sugerido por exemplo na EP0541674B1.

[00059] Podem ser empregados grânulos sólidos ou grânulos porosos que, por exemplo, são obtidos por espumamento, sinterização e semelhantes.

[00060] O resfriamento pode ocorrer a uma temperatura que está abaixo da temperatura de transição de vidro do poliéster, o que permite o armazenamento e/ou o transporte dos grânulos por um espaço de tempo maior.

[00061] A temperatura média dos grânulos de prepolímero também pode ser mantida em um nível mais elevado para aperfeiçoar a eficiência de energia dos processos subsequentes. Além disso, é possível aumentar a temperatura do meio de refrigeração e/ou selecionar um tempo de residência correspondentemente mais curto no meio de refrigeração.

[00062] Apesar de que uma cristalização parcial já possa ocorrer

durante a preparação das partículas de prepolímero de poliéster, é normalmente necessária uma etapa de cristalização, para se obter uma partícula de prepolímero de poliéster, parcialmente cristalina.

[00063] A cristalização pode ocorrer sozinha ou ligada com a preparação de partículas. Diversos dispositivos para preparação de partículas podem estar ligados a um dispositivo de cristalização. A cristalização pode ocorrer em uma etapa ou em diversas etapas e assim ter lugar em um ou mais dispositivos em série. A cristalização pode ocorrer continuamente ou em batelada. Opcionalmente a cristalização pode ocorrer em dois ou mais dispositivos operados em paralelo.

[00064] A cristalização ocorre segundo os processos conhecidos do estado da técnica, por exemplo por cristalização térmica, por cristalização induzida por solvente ou por cristalização por alongamento mecânico. De preferência a cristalização ocorre por via térmica, com o que origina-se um policondensado parcialmente cristalino.

[00065] A cristalização deve ocorrer a uma temperatura apropriada em um tempo de residência apropriado. Através da cristalização deve-se obter pelo menos um grau de cristalização, que permite um outro tratamento térmico, como por exemplo uma secagem ou uma policondensação de fase sólida, sem que venham a ocorrer adesões ou formações de aglomerados.

[00066] A faixa apropriada de temperatura é visível quando se distingue o tempo de meia-vida de cristalização ($t_{1/2}$) medido em DSC como função da temperatura. Ela é limitada acima e abaixo pela temperatura na qual o tempo de meia-vida de cristalização atinge mais ou menos 10 vezes o tempo de meia-vida de cristalização mínimo $t_{1/2}$. Já que tempos de meia-vida de cristalização ($t_{1/2}$) são determináveis apenas muito dificilmente, como valor mínimo é empregado $t_{1/2} = 1$ minuto.

[00067] O tempo de cristalização apropriado é uma função do tem-

po para aquecer o produto na temperatura de cristalização, mais pelo menos o tempo de meia-vida de cristalização na temperatura indicada, sendo que de preferência são levados em conta 2 – 20 tempos de meia-vida para o tempo de aquecimento para se obter uma cristalização suficiente.

[00068] Para impedir uma adesão das partículas de prepolímero que estão se cristalizando, essas devem ser mantidas em movimento relativamente umas em relação às outras. Reatores de cristalização apropriados são reatores com vibração, reatores giratórios, reatores com agitadores, assim como reatores através dos quais escoar gás de processo, sendo que a velocidade de escoamento do gás de processo deve ser suficiente para movimentar as partículas de prepolímero. São preferidas velocidades de escoamento na faixa de 1 – 6 m/s, em particular maiores do que 1,5 m/s e menores do que 4 m/s. A velocidade do gás corresponde assim à velocidade da tubulação vazia, isto é a quantidade de gás por tempo, dividido pela área da seção transversal do espaço de tratamento.

[00069] Reatores de cristalização particularmente apropriados são cristalizadores de leito fluidizado ou cristalizadores de leito turbilhonado, já que esses não tendem à formação de pó.

[00070] Em tereftalato de polietileno a faixa de temperatura apropriada situa-se entre 100 e 220°C, e em 5 até 20 minutos atinge-se um grau de cristalização de pelo menos 20%, de preferência de pelo menos 30%.

[00071] A cristalização pode ocorrer do estado de vidro, isto é após resfriamento provisório a uma temperatura abaixo da temperatura de cristalização, em particular abaixo da temperatura de transição de vidro T_g .

[00072] São apropriados também processos nos quais a cristalização ocorre pelo menos parcialmente a partir do fundido, sendo que um

aumento da cristalinidade ocorre durante a fase de resfriamento e/ou uma fase de equilíbrio ocorre à temperatura elevada.

[00073] Se as temperaturas das partículas de prepolímero de poliéster na entrada no processo de cristalização estão abaixo da temperatura de cristalização apropriada, então as partículas de prepolímero de poliéster devem ser aquecidas. Isto pode ocorrer, por exemplo, por uma parede aquecida do reator de cristalização, por instalações internas aquecidas no reator de cristalização, por irradiação ou pelo insuflamento de um gás de processo quente.

[00074] Concomitantemente com a elevação do grau de cristalização, são removidos também quaisquer resíduos do líquido do processo de granulação.

[00075] Caso no processo de cristalização seja empregado um gás de processo, então esse gás de processo deve ser adicionado suficiente fresco ou purificado, para impedir um enriquecimento excessivo do líquido ou outras substâncias difundidas. Como gases de processo podem ser empregados, por exemplo, ar, vapor de água, ou gases inertes, tais como nitrogênio, CO₂, ou suas misturas. Os gases de processo podem conter aditivos, que ou atuam reativamente no produto a ser tratado ou se depositam passivamente no produto a ser tratado.

[00076] Outros dispositivos agregados, como trocadores de calor, aparelhos de separação, tais como filtros ou ciclones, aparelhos de bombeamento de gás, tais como insufladores, compressores ou ventiladores, sistemas de purificação de gás, tais como lavadores de gás, sistemas de combustão, ou sistemas de adsorção, ou válvulas, tais como válvulas borboleta, válvulas ou bifurcadores, podem estar integrados no circuito de gás de processo.

[00077] Opcionalmente as partículas de prepolímero de poliéster podem ser submetidas antes de uma cristalização a um tratamento para redução de sua tendência a aderência, como isto é descrito na

PCT/CH2008/000389, que está inserida na presente invenção. Se apropriado, antes da cristalização, podem ser aquecidas partículas de prepolímero de poliéster. Isto pode ocorrer em uma etapa de preaquecimento, sendo que a alimentação de calor pode se originar de uma etapa de resfriamento posterior, como é descrito na EP01789469B1, que está incluída na presente invenção. Alternativamente o aquecimento pode ser diretamente produzido para a etapa de preaquecimento ou por recuperação de calor de uma fonte de calor de um processo de polimerização de fase de fundido pré-disponibilizado. Na preparação do tereftalato de polietileno pode ser empregado, por exemplo, o vapor da coluna para separação de água e etilenoglicol pode ser empregado como fonte de aquecimento para a etapa de preaquecimento.

[00078] Aparelhos particularmente apropriados para a cristalização são aparelhos de leite fluidizado, como eles são descritos, por exemplo, na EP- 1 425 146 A2, cujo teor a este respeito está incluído com referência neste pedido de patente. O aquecimento na temperatura de cristalização e a cristalização subsequente podem ocorrer em um ou mais aparelhos de cristalização. O tamanho dos aparelhos necessários é dado assim pela soma de todas as superfícies da placa de peneira, sendo que para um tratamento de 40 até 100 t/h, resultam superfícies de peneira de 10 até 100 m². Na cristalização de grânulos PET frios são necessárias superfícies de peneiras de 20 até 60 m².

[00079] Em seguida à cristalização é necessária uma etapa para aquecimento da partícula de prepolímero de poliéster a uma temperatura de reação apropriada, para se obter partículas de prepolímero de poliéster aquecidas.

[00080] Mostrou-se de acordo com a invenção que é muito vantajoso para o funcionamento de uma instalação com uma elevada carga, conduzir as partículas de prepolímero de poliéster parcialmente cristalinas através de um dispositivo de remoção de poeira, já que de outra

forma a eficácia na realização das etapas seguintes fica prejudicada.

[00081] O aquecimento pode ocorrer sozinho ou ligado à cristalização. Diversos dispositivos para cristalização podem estar ligados a um dispositivo para aquecimento. O aquecimento pode ocorrer em uma etapa ou em múltiplas etapas, e assim em um ou mais dispositivos consecutivos acionados em série.

[00082] Dispositivos apropriados para o aquecimento são reatores rotativos, reatores com agitadores, assim como reatores através dos quais flui um gás de processo.

[00083] A temperatura de reação apropriada situa-se em uma faixa de temperatura que está limitada abaixo por uma velocidade de reação mínima do poliéster e está limitada acima por uma temperatura, que se situa um pouco abaixo da temperatura de fusão do poliéster. Normalmente a temperatura de reação situa-se a 5 até 80°C abaixo da temperatura de fusão cristalina do poliéster.

[00084] Concomitantemente com o aquecimento ocorre uma têmpera, através da qual a estrutura do cristal é de tal forma aperfeiçoada que a tendência à adesão das partículas de prepolímero de poliéster é reduzida. A têmpera pode ocorrer assim à temperatura de reação apropriada, ou a uma temperatura que se situa em torno de 1 até 30° C acima da temperatura de reação apropriada. Caso a têmpera ocorra a uma temperatura mais elevada, então a temperatura das partículas de prepolímero de poliéster precisa ser reduzida a uma temperatura de reação do prepolímero de poliéster apropriada

[00085] O tempo para o aquecimento e têmpera é assim dependente da estrutura cristalina desejada e pode ser de alguns minutos até algumas horas.

[00086] Caso o aquecimento ocorra essencialmente sob atuação de um gás de processo, então uma "quantidade gasosa para quantidade de produto" (MG/MP) de 1,5 até 15, em partículas de 2,5 até 10, com a

qual essencialmente a temperatura do produto se aproxima da temperatura do gás. Aqui "mp" é a soma de todos os fluxos de produto conduzidos no processo e "mg" é a soma de todos os fluxos gasosos conduzidos no processo. Como gases de processo podem, por exemplo, ser empregados gases inertes, tais como nitrogênio, CO₂ ou misturas de gases inertes. O gás de processo pode conter aditivos, que ou atuam reativamente no produto a ser tratado ou se depositam possivelmente no produto a ser tratado.

[00087] Caso para aquecimento um gás de processo seja empregado no circuito, assim esse gás fresco suficiente ou o gás de processo purificado deve ser adicionado para impedir um enriquecimento excedente de substâncias difundidas.

[00088] Outros dispositivos agregados, tais como trocadores de calor, aparelhos de separação, tais como filtros ou ciclones, aparelhos de bombeamento de gás, tais como, insufladores, compressores ou ventiladores, sistemas de purificação de gás, tais como lavadores de gás, sistemas de combustão ou sistemas de adsorção, ou guarnições, tais como válvulas borboleta, válvulas ou bifurcadores, podem estar integrados no circuito de gás de processo.

[00089] Para tereftalato de polietileno é típico um tempo para aquecimento e têmpera de 10 minutos até 2 horas e uma temperatura de têmpera de 200°C até 245°C. O teor de oxigênio do gás inerte deve estar abaixo de 500 ppm, em particular abaixo de 100 ppm. Uma variante prevê que o aquecimento ocorre em um espaço de tempo menor do que 10 minutos. Isto é descrito no documento WO02/068498, que está incluído na presente invenção.

[00090] Aparelhos particularmente apropriados para o preaquecimento são aparelhos de teto (como esses que são descritos por exemplo na DE 4300913 A1), aparelhos corrente cruzada (como esses que são descritos na EP-1 019 633 A1), assim como aparelhos contra-

corrente (como esses que por exemplo são descritos na CN-101579610 A (que corresponde ao pedido de patente suíço pendente CH 0735/08). O teor dos pedidos de patente mencionados referentes a isso está incluído neste contexto neste pedido de patente. O preaquecimento pode ocorrer em um ou mais aparelhos. O tamanho dos aparelhos necessários é indicado, assim, com a soma de todos os volumes de aparelhos indicados, sendo que são produzidos volumes de aparelhos de 50 até 300 m³ para um tratamento de 40 até 100 t/h e resultam alturas de aparelhos de 10 até 50 m.

[00091] Em seguida ao aquecimento é necessária uma etapa para reação da partícula de prepolímero de poliéster aquecida, para obter partículas de poliéster com uma viscosidade intrínseca entre 0,70 até 0,95 dl/g, em particular acima de 0,75 dl/g. Assim o aumento da viscosidade intrínseca é de pelo menos 0,05, em particular pelo menos 0,1 dl/g.

[00092] A reação das partículas de prepolímero de poliéster aquecido ocorre em um reator essencialmente vertical apropriado. De acordo com a invenção, a alimentação das partículas de prepolímero de poliéster aquecidas ocorre na parte superior do reator, com o que as partículas de poliéster fluem através do reator por meio da força da gravidade de cima para baixo. As partículas de poliéster fluem através do reator aqui como leito fixo, o que também é denominado leito fixo em movimento. Assim objetiva-se um espectro de tempo de residência o mais estreito possível das partículas individuais. Um turbilhonamento, ou caso contrário, misturação ativa das partículas deve ser evitado.

[00093] Vários dispositivos para aquecimento podem estar ligados a um reator. Normalmente a reação ocorre em dois ou mais reatores acionados em paralelo, sendo que cada um deles é acionado segundo as características individuais de acordo com a invenção.

[00094] De acordo com a invenção a reação ocorre em um reator a

um valor $VI > 0,7$ dl/g. Opcionalmente podem se seguir outros reatores para outras etapas de tratamento.

[00095] A reação ocorre em uma faixa de temperatura de 5 até 80°C abaixo de um ponto de fusão cristalino da partícula de poliéster, sendo que são preferidas temperaturas menores do que 60°C e/ou com mais de 20°C abaixo do ponto de fusão cristalino das partículas de policondensado. Através da reação e através de uma cristalização contínua durante a reação a temperatura das partículas de polímero pode se elevar entre 1 e 20 °C, sendo que também a temperatura máxima assim originada deve estar na faixa apropriada da temperatura de reação.

[00096] O tempo de reação apropriado está de preferência entre 6 e 30 horas, sendo que por motivos econômicos são preferidos tempos de residência menores do que 24 horas, em particular menos do que 20 horas, assim como maiores do que 8 horas.

[00097] De acordo com uma forma de execução preferida da presente invenção o gás de processo escoia pelas partículas de poliéster através do reator. Como gás de processo podem ser empregados gases inertes, tais como nitrogênio, CO₂, ou misturas de gases inertes. O gás de processo pode conter aditivos, que ou atuam reativamente no produto a ser tratado ou se depositam passivamente no produto a ser tratado. O gás de processo é conduzido essencialmente no circuito. Para reduzir o prejuízo da reação de policondensação, o gás de processo precisa ser purificado de produtos indesejados, em particular os produtos da dissociação das reações de policondensação. Produtos da dissociação típicos, tais como água, dióis (por exemplo etilenoglicol, propanodiol, butanodiol) ou aldeídos (por exemplo acetaldeído) devem assim ser reduzidos a valores abaixo de 1000 ppm. Assim produtos da dissociação das reações de policondensação reversíveis devem ser reduzidos a valores abaixo de 100 ppm. Os dados em ppm são indica-

dos como partes em peso. A purificação pode ocorrer por sistemas de purificação de gás do estado da técnica, tais como, por exemplo sistemas de combustão catalítica, lavadores de gás, sistemas de adsorção ou resfriamento. Sistemas de combustão catalítica são por exemplo conhecidos da WO00/07698, EP0660746B2 e DE102004006861A1, que são incluídas na presente invenção. Diversos sistemas de purificação podem ser empregados. Etapas de purificação adicionais podem ser previstas. Uma separação de sólidos pode ocorrer por exemplo por filtração ou ciclone. Diversos fluxos de gás inerte podem ser tratados para purificação em um sistema de purificação de gás resumido, ou podem ser individualmente tratados. Normalmente é introduzida na circulação uma quantidade adicional de gás de processo fresco.

[00098] Outros dispositivos agregados, tais como trocador de calor, dispositivos para o transporte de gás, tais como insufladores, compressores ou ventiladores, ou válvulas, tais como, válvulas borboleta, válvulas ou ramificações, podem estar integrados no circuito do gás de processo.

[00099] Para tereftalato de polietileno a temperatura de pós-condensação apropriada situa-se em uma faixa de temperatura de 190°C até 240°C, sendo que são preferidas temperaturas abaixo de 225°C.

[000100] Como produtos de dissociação das reações de policondensação reversíveis originam-se assim em particular água e etilenoglicol.

[000101] Caso a reação ocorra essencialmente com atuação de um gás de processo, então é empregada uma "quantidade de gás para a quantidade de produto (mg/mp) de 0,2 até 2, em particular de 0,6 até 1,4, com o que a temperatura dos gases se assemelha essencialmente à temperatura do produto. Aqui "mp" é a soma de todas as correntes de produto introduzidas no processo, e "mg" é a soma de todas as

correntes de gás introduzidas no processo. A um reator podem ser introduzidas uma ou mais correntes de gás, as quais se diferenciam essencialmente por suas temperaturas. A temperatura de um gás de processo introduzido pode se situar acima, no mesmo ou abaixo da faixa de temperatura da temperatura de reação apropriada. Caso a temperatura das partículas de poliéster na entrada de gás não deva se alterar, então o gás de processo precisa ser aquecido até a temperatura das partículas de poliéster. Caso a temperatura das partículas de poliéster na entrada do gás deva ser baixada, então o gás de processo pode ser alimentado a temperaturas mais baixas.

[000102] Normalmente o gás de processo é introduzido na extremidade inferior do reator e é retirado pela extremidade superior do reator, com o que se forma uma corrente de gás de processo em contracorrente em relação ao fluxo das partículas de poliéster. Ao contrário também é cogitável um escoamento concorrente da extremidade superior do reator para a extremidade inferior do reator. Devido à resistência da corrente no reator preenchido com partículas de poliéster é produzida uma diferença de pressão entre a entrada do gás e a saída do gás, sendo que essa diferença de pressão depende da altura do reator, da largura e forma das partículas de poliéster, assim como da velocidade do gás, e com isso da quantidade do gás e do diâmetro do reator.

[000103] De acordo com uma forma de execução preferida da presente invenção, a diferença de pressão entre a entrada do gás no reator e a saída do gás do reator está entre 450 e 1000 mbar. São preferidas diferenças de pressão acima de 500 mbar e abaixo de 900 mbar. Na saída do reator apresenta-se uma sobrepressão de 20 até 300 mbar, sendo que através de uma maior pressão de saída, de preferência maior do que 50 mbar, em particular maior do que 100 mbar, pode ser reduzida a velocidade do gás no reator e com isso a queda de pressão no reator.

[000104] Reatores apropriados são reatores de caixa, que também são denominados reatores de leito fixo ou reatores de leito móvel. Um reator de caixa apresenta normalmente uma forma cilíndrica por exemplo com um corte transversal redondo ou retangular. Com isso o reator é fechado acima com uma tampa e abaixo com um cone de saída. Um reator com um diâmetro (D) e um comprimento (L) apresenta normalmente uma proporção L/D entre 5 e 11. Aqui vale para L o comprimento cilíndrico do reator sem o cone de saída e para D o diâmetro médio ao longo do comprimento cilíndrico, sendo que no caso de seções circulares emprega-se diretamente o diâmetro, e em seções quadradas os comprimentos das arestas e em seções irregulares a raiz quadrada da superfície da seção.

[000105] A dimensão dos reatores empregados é aqui dada pela soma de todos os volumes de reatores, sendo que para um tratamento de 40 até 100 t/h resultam volumes de reator de 400 até 3000 m³, em particular maiores do que 500 m³, e alturas de equipamentos inclusive o cone de saída na faixa de 30 até 60 metros, em particular mais do que 40 metros. O reator pode apresentar equipamentos internos que, por exemplo, servem para equalização das condições de escoamento, como para entrada de gás ou para redução da pressão de produto. Tais reatores são por exemplo descritos nos documentos de divulgação EP 1337321B1, US 6010667 e DE 102007031653 A1, que estão incluídos com a presente invenção.

[000106] Para impedir as perdas de calor o reator pode ser isolado por fora e/ou equipado com elementos de aquecimento. Quaisquer dutos de alimentação para as partículas de poliéster podem estar ligados assim no reator ou pelo menos no isolamento em torno do reator, com o que são reduzidas as perdas de calor do duto de transporte.

[000107] De acordo com a invenção as partículas de prepolímero de poliéster são introduzidas na etapa para reação com uma vazão más-

sica entre 40 e 100 toneladas por hora, sendo que em particular as partículas de prepolímero de poliéster são introduzidas em um reator com uma vazão mássica de 40 a 100 toneladas por hora.

[000108] De acordo com a invenção, a velocidade de assentamento das partículas de poliéster no reator se situa entre 2 e 6 metros por hora. De preferência a velocidade de assentamento se situa acima de 2,2, ainda mais preferido se situa acima de 2,6, em particular acima de 3 metros por hora. A velocidade de assentamento é calculada a partir da vazão mássica das partículas dividido pela superfície média de corte do reator.

[000109] O fluxo de produto das partículas de prepolímero de poliéster para dentro e para fora do reator é controlado através de dispositivos de bloqueio, tais como válvulas borboleta, válvulas gaveta e dispositivos de transporte.

[000110] Através da elevada velocidade de assentamento das partículas de poliéster no reator ocorre uma movimentação relativa reforçada entre as partículas individuais entre si. Com isso reduz-se a tendência à aglomeração dos grânulos de poliéster, o que possibilita um tratamento a temperaturas mais elevadas, com o que por sua vez reduz-se o tempo de residência necessário e consequentemente o tamanho necessário do reator. Aqui a mais baixa tendência à aglomeração explica-se pelo tempo de contacto mais curto das respectivas duas superfícies limites de duas partículas, o que reduz a troca através das superfícies limites dependente da temperatura de terminos de cadeia com movimentação livre. Com base na velocidade de reação, igualmente dependente da temperatura, ocorre um tempo de residência mais baixo para uma determinada elevação da viscosidade intrínseca. Dessa forma, dada uma tendência à aglomeração limitante de um produto, a dimensão do reator pode ser reduzida através do aumento da velocidade de assentamento.

[000111] Caso a concentração de grupos terminais no poliéster, em particular de um tereftalato de polietileno, seja medida antes e depois da reação, então pode-se calcular o índice de reações de esterificação (E) e de transesterificações (T) por tonelada de material.

$$E = c_{\text{COOH}} \text{ inic} - c_{\text{COOH}} \text{ fim}$$

$$T = (c_{\text{CO}} \text{ inic} - c_{\text{CO}} \text{ fim} - E) / 2$$

[000112] Com base nas parcelas resultantes é visível se a reação transcorre preponderantemente através de uma reação de esterificação $E/(E+T) > 0,5$ ou se transcorre preponderantemente através de uma reação de transesterificação $E/(E+T) < 0,5$. De acordo com uma forma de realização preferida da presente invenção, a reação deveria transcorrer em mais do que 50%, em particular em mais do que 65%, e muito mais preferentemente em mais do que 70% através de uma reação de esterificação. Aqui são incluídas todas e quaisquer reações nas etapas anteriores à cristalização e ao aquecimento.

[000113] Através da preferência das reações de esterificação reduz-se a tendência à aglomeração de um produto, o que por sua vez possibilita o emprego de temperaturas de reação mais elevadas e com isso reatores menores.

[000114] Normalmente as partículas de prepolímero de poliéster, após o aquecimento, são transportadas à parte superior do reator.

[000115] De acordo com uma forma de realização da presente invenção, as partículas de prepolímero de poliéster são transportadas a partir de um nível de partida (H0) até um nível de entrada (HR) no reator, sendo que o nível de entrada (HR) se situa entre 40 e 80 metros, de preferência mais do que 45 metros, em particular mais do que 50 metros acima do nível de partida (H0). Disso advem a vantagem de que dispositivos para aquecimento podem ser instalados em um nível baixo do edifício e não precisam ser dispostos acima do reator. Opcionalmente pode-se instalar sobre o reator um tanque tampão e/ou um

dispositivo para remoção de poeira das partículas de prepolímero de poliéster, sendo que o nível de entrada do tanque tampão e/ou do dispositivo de remoção de poeira determina o nível de entrada (HR). Caso a remoção de poeira ocorra sob ação de um gás de processo, então aqui pode ser atingida uma elevação ou rebaixamento da temperatura do produto, sendo que ocorrem correções de temperatura em particular na faixa de $\pm 20^{\circ}\text{C}$.

[000116] Como dispositivo de transporte são adequados dispositivos de transporte mecânicos, tais como dispositivos em parafuso, cadeias, béqueres, assim como dispositivos de transporte pneumáticos.

[000117] São particularmente apropriados os dispositivos de transporte pneumáticos para baixas velocidades de transporte, que podem ser operados com um gás inerte. Um dispositivo de transporte pneumático para baixas velocidades de transporte abrange aqui pelo menos um volume de reservatório, ao qual tanto produto quanto também gás de transporte podem ser introduzidos, um dispositivo para elevação de pressão para o gás de transporte, um dispositivo de dosagem para o produto, um duto de transporte para a condução da mistura gás-produto do volume de reservatório assim como válvulas para controlar a admissão de gás de transporte. O volume de reservatório pode consistir aqui em um ou mais tanques ou simplesmente de um funil de entrada para o duto de transporte. O dispositivo para a elevação de pressão do gás de transporte pode aqui abranger um compressor, como um compressor ou um ventilador, assim como quaisquer tanques tampão. Adicionalmente à elevação da pressão do gás de transporte, também pode ocorrer um aquecimento posterior do gás de transporte. Um dispositivo de dosagem pode abranger válvulas borboleta, válvulas de gaveta e parafusos de dosagem. Para uma operação contínua, é particularmente preferida a válvula borboleta, sendo que para o transporte a grandes distâncias e com isso com elevadas perdas de carga,

o emprego de duas válvulas dispostas em série é vantajoso, visto que com isso a perda de pressão através da válvula borboleta de transporte é reduzida, e com isso a quantidade de gás de vazamento é reduzida.

[000118] O duto de transporte pode consistir em vários trechos e curvas horizontais, verticais ou inclinadas. Curvas de dutos devem apresentar raios que correspondem a mais do que 3 vezes, em particular mais do que 4 vezes, normalmente menos do que 10 vezes o diâmetro da tubulação. O diâmetro do duto de transporte pode variar ao longo do trecho de transporte, para por exemplo compensar a expansão do gás de transporte com a diminuição da pressão. Peças individuais com diâmetros diferentes são conectadas aqui por peças de transição. Por meio das válvulas, a alimentação de gás de transporte pode ser desviada alternadamente para antes ou depois do volume de reservatório, a fim de formar blocos de produto, que são então arrastados através do duto de transporte.

[000119] De acordo com uma forma de realização preferida de acordo com a presente invenção, o transporte das partículas de prepolímero de poliéster aquecidas ocorre através de dois ou mais dutos de transporte. Dessa forma pode-se limitar a capacidade de carga através de um duto de transporte. Por outro lado um duto de transporte paralelo pode ser previsto como duto de reserva (back up), para evitar quaisquer perdas de produção causadas por parada de um duto de transporte. A cada duto de transporte podem ser associados dispositivos para elevação de pressão e para dosagem, assim como válvulas. É ainda possível também ligar um dispositivo para elevação de pressão e/ou para aquecimento do gás de transporte através de dois ou mais dutos de transporte.

[000120] A temperatura do gás de transporte é de tal forma selecionada, que a temperatura das partículas de prepolímero de poliéster no

transporte não varia essencialmente, em particular varia menos do que $\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$, sendo que em particular uma elevação de temperatura deve ser evitada. Normalmente são empregadas temperaturas de gás de alimentação na faixa entre $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $250\text{ }^{\circ}\text{C}$, de preferência acima de $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ e abaixo de $230\text{ }^{\circ}\text{C}$, em particular acima de $150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

[000121] De acordo com uma forma de execução favorita da presente invenção o transporte das partículas de prepolímero de poliéster aquecidas ocorre a uma temperatura de transporte (TF) que se situa entre $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, em particular mais do que $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ e menos do que $60\text{ }^{\circ}\text{C}$, e abaixo do ponto de fusão cristalino. Na preparação de tereftalato de polietileno, a temperatura de transporte (TF) se situa entre 190°C e 230

[000122] $^{\circ}\text{C}$, em particular mais do que 200°C e menos do que 225°C . Como temperatura de transporte é designada aqui a temperatura das partículas de prepolímero de poliéster no final do trecho de transporte.

[000123] De acordo com uma forma de execução favorita da presente invenção, o transporte das partículas de prepolímero de poliéster aquecidas ocorre através de um duto de transporte com um diâmetro interno (DF) que se situa entre 250 mm e 500 mm , em particular acima de 290 mm e abaixo de 450 mm . O duto de transporte apresenta aqui normalmente uma seção circular. DF corresponde, para uma seção circular, ao diâmetro livre da seção, e para outra seção, à raiz quadrada da superfície livre da seção.

[000124] De acordo com uma outra forma de execução favorita da presente invenção o transporte das partículas de prepolímero de poliéster aquecidas ocorre a uma velocidade de transporte (VF) que se situa entre 5 e 12 m/s . Como velocidade de transporte é designada aqui a velocidade no duto livre do gás de transporte para condições de operação determinadas no trecho parcial ao final do trecho de trans-

porte, sendo que a velocidade no duto livre corresponde à quantidade de gás por tempo dividido pela seção do duto de transporte. Através da baixa velocidade de transporte em dutos de transporte com diâmetro interno relativamente grandes, evita-se uma formação exagerada de poeira por abrasão.

[000125] A massa de gás de transporte se situa aqui de preferência entre 3% e 15%, em particular menos do que 10%, com relação à massa de produto transportada.

[000126] O duto de transporte pode terminar diretamente no reator ou em um separador disposto acima do mesmo. A entrada no reator pode ocorrer por cima através da tampa ou através da região superior da parede do reator. Quando dois ou mais dutos de transporte são empregados, então a entrada no reator pode ocorrer através de um duto comum ou através de dutos separados, sendo que são preferidas entradas separadas, as quais são direcionadas diferentemente ou estão distantes entre si, visto que dessa forma as partículas são distribuídas no reator, o que leva a uma melhor utilização do volume do reator.

[000127] O gás de transporte é separado das partículas de prepolímero de poliéster no reator ou no separador, e ou é diretamente reconduzido ao bombeamento ou é misturado a uma outra corrente de gás inerte. Normalmente o gás de transporte é purificado da poeira de policondensado antes de uma utilização posterior.

[000128] Adicionalmente ao transporte entre o aquecimento e a reação podem ser empregados outros bombeamentos. Em particular podem ocorrer bombeamentos entre a preparação das partículas e a cristalização, entre as várias etapas de cristalização, entre a cristalização e o aquecimento, entre a reação e o resfriamento, após o resfriamento, assim como entre uma etapa de processo e um silo de armazenamento qualquer.

[000129] É particularmente preferido, de acordo com a invenção,

prever um bombeamento entre a cristalização e o preaquecimento (aquecimento). Em uma instalação atual para execução de uma policondensação em fase sólida (SSP), o cristalizador está disposto acima do preaquecedor. Em uma instalação de grande porte, como é o objeto da presente invenção, isto ocasionaria dispor uma grande etapa de processo em uma região elevada da instalação, (isto é, muito elevado no edifício. Isto é entretanto muito dispendioso. É portanto preferido de acordo com a presente invenção dispor o cristalizador lado a lado com o preaquecedor (isto é, na região inferior do edifício). Isto tem como consequência um transporte das partículas de prepolímero semicristalizadas da saída na extremidade inferior do cristalizador até a entrada na extremidade superior do preaquecedor. Com respeito às particularidades desse bombeamento (altura manométrica, duto de transporte, etc...) pode-se fazer referência às determinações anteriores para transporte ao reator. De preferência pode-se tomar as mesmas medidas no transporte entre cristalizador e preaquecedor.

[000130] Mostrou-se entretanto de forma inesperada, que ocorrem cargas de poeira indesejadas ao se instalar o cristalizador e o preaquecedor lado a lado na região inferior da instalação e o bombeamento consequente, ao contrário do que ocorre nas instalações atuais SSP. A carga de poeira leva à formação de partículas dificilmente fundíveis no preaquecedor e requer uma purificação dispendiosa do preaquecedor após um determinado tempo de operação da instalação.

[000131] Foi surpreendentemente descoberto que esse problema pode ser resolvido de forma simples e econômica, caso seja disposto um dispositivo de remoção de poeira no final do trecho de bombeamento entre o cristalizador e o preaquecedor, de preferência acima da entrada no preaquecedor.

[000132] Como poeira são designadas partículas com uma dimensão situada visivelmente abaixo do diâmetro médio dos grânulos. Caso o

diâmetro médio das partículas seja acima de 1 mm, então são consideradas como poeira partículas classificadas em uma peneira com mesh de 500 μm .

[000133] Poeiras podem ser separadas por energia mecânica, por exemplo em peneiras vibratórias, separadores por impacto, ou separadores zig-zag (chicanas) ou por escoamento do fluxo gasoso por exemplo em aparelhos de leito fluidizado ou separador pneumático. Para remoção de partículas de poeira, que aderem em grânulos por forças eletrostáticas, podem ser empregadas correntes de gás desionizantes. Dispositivos de remoção de poeira preferidos são aparelhos de leito turbilhonado ou de leito fluidizado com uma superfície de peneira escoada por gás de 0,5 a 10 m^2 , em particular maior do que 1 m^2 e menor do que 8 m^2 , sendo que é empregada uma proporção entre quantidade de gás e quantidade de produto de 1:15 até 1:1. O tempo de residência médio dos grânulos em um dispositivo de remoção de poeira se situa na faixa de poucos segundos até 5 minutos, sendo que em casos excepcionais são imagináveis também tempos de residência mais longos. A remoção de poeira ocorre a uma temperatura que corresponde essencialmente à faixa de temperatura apropriada para cristalização.

[000134] Preferivelmente, de acordo com a invenção, o presente processo abrange portanto a etapa de tratamento de um poliéster (semicristalino) em um aparelho de leito fluidizado a uma temperatura na faixa de 100 a 250 $^{\circ}\text{C}$, em particular 130 a 200 $^{\circ}\text{C}$, com uma capacidade de escoamento de 10 a 100 t/h por m^2 de superfície de peneira, em particular maior do que 15 t/h por m^2 de superfície de peneira. Através dessa etapa, atinge-se de forma surpreendente uma remoção eficiente de poeira das partículas de prepolímero semicristalinas e assim uma operação muito mais eficiente.

[000135] Aparelhos de leito fluidizado são conhecidos no estado da

técnica e são descritos por exemplo na publicação EP-1 425 146 A2 já mencionada. Os aparelhos apresentam pelo menos uma abertura de alimentação para as partículas a serem liberadas de poeira e pelo menos uma abertura de saída para as partículas liberadas de poeira. Uma placa de peneira, através da qual o gás de processo escoar, porém através da qual não podem escoar as partículas, é de tal forma disposta entre a pelo menos uma abertura de entrada de partículas e a pelo menos uma abertura de saída de gás, que o gás de processo escoar através das partículas e as fluidiza, em particular as turbilhona. Velocidades de gás apropriadas para remoção de poeira se situam na faixa de 2 a 5 m/s de velocidade do duto vazio, sendo que no caso de correntes pulsantes de gás a velocidade máxima do gás é determinante.

[000136] Em seguida à reação, pode ocorrer uma etapa de resfriamento das partículas de polímero de poliéster.

[000137] As partículas de polímero de poliéster podem aqui ser resfriadas até uma temperatura apropriada para armazenamento e para transporte, ou até uma temperatura para o processamento posterior. O resfriamento ocorre aqui por processos conhecidos do estado da técnica, por exemplo por trocadores de calor de placas, resfriadores de leite fluidizado, em instalações de bombeamento com um excesso de meio de resfriamento, por introdução direta em um fluido de resfriamento, por contato com uma superfície fria ou por combinação de vários métodos de resfriamento. Uma parte do resfriamento pode ocorrer já no reator, por adição de uma corrente fria de gás. Dispositivos preferidos de resfriamento são resfriadores de leite fluidizado ou reatores resfriados, através dos quais uma corrente de gás escoar em contracorrente.

[000138] As partículas de polímero de poliéster podem ser processadas para formar diversos produtos, como por exemplo fibras, fitas, pe-

lículas ou partes injetadas. Tereftalato de polietileno é processado em particular para formar corpos vazios, tais como por exemplo garrafas.

[000139] A presente invenção se relaciona a um processo para a preparação de partículas de poliéster com alta carga, em uma linha. Visto que etapas de processo individuais ou etapas parciais de processo podem ser executadas tanto em um dispositivo individual, quanto em vários dispositivos operados em paralelo, a capacidade de carga em uma linha é determinada pela carga através do dispositivo com a máxima capacidade de carga. De acordo com uma forma de realização da presente invenção, pelo menos uma etapa de cristalização, de aquecimento ou de reação ocorre em um dispositivo individual com uma vazão mássica entre 40 e 100 toneladas por hora.

[000140] Outras formas de realização vantajosas são definidas nas reivindicações abaixo.

[000141] Uma forma de realização do processo de acordo com a invenção é mostrada na figura 1. Em um reator de polimerização de fundido a) é preparado um fundido de prepolímero policondensado 1 que consiste em tereftalato de polietileno com um valor IV de 0,60 dl/g e uma parcela de comonômero de cerca de 6% (% em mol com relação a componente de monômero respectivo) com uma capacidade de produção de 62,6 t/h. A temperatura de fundido é de cerca de 285 °C. O fundido é dividido em vários dutos de fundido e conduzido a diversos granuladores, sendo que somente são apresentados os granuladores a)-1 a a)-3. Outros granuladores estão ligados ao ponto (A). Os granuladores tratam-se de granuladores por extrusão subaquática usuais, como eles são por exemplo comercializados pela firma Automatik Plastics Machinery sob a marca USG. Os granuladores consistem em um bocal com uma placa de bocais para preparação de uma diversidade de extrudados de fundido, uma região de recepção submersa em água para os extrudados de fundido, a qual está afastada dos bocais

entre 1 mm e 300 mm, uma rampa inclinada borrifada com água, sobre a qual os extrudados de fundido são resfriados e solidificados, um dispositivo de corte que inclui uma calandra de alimentação e uma calandra de corte, no qual os extrudados são cortados para formar grânulos, um tratamento de água onde a água de resfriamento é temperada a 30 °C até 50 °C e é filtrada, um dispositivo de secagem, no qual os grânulos são separados da água de processo, e uma peneira classificadora, na qual são removidas partes muito grandes e partes finas. Os grânulos preparados possuem uma forma cilíndrica, têm um comprimento de cerca de 3 mm, um diâmetro de cerca de 2,4 mm e um peso de cerca de 18 mg. A temperatura dos grânulos é de cerca de 50 °C. Opcionalmente, pode-se instalar um tanque tampão (P) em seguida a cada granulador, ou um tanque tampão (P) para vários granuladores. Através de um ou vários bombeamentos pneumáticos, os grânulos são transportados a um ou vários silos de armazenamento 2, sendo que a corrente de produto é conduzida do ponto (A) ao ponto (B) ou (C). A partir dos silos de armazenamento 2 ocorre por sua vez, através de um ou vários bombeamentos pneumáticos, um transporte das partículas de prepolímero até um tanque tampão opcional (P) e em seguida até um cristalizador b). De acordo com a temperatura externa e um pré-tratamento opcional, a temperatura de entrada no cristalizador pode se situar entre -20 e 90 °C. A admissão das partículas no cristalizador ocorre de forma dosada através de uma válvula borboleta. O tratamento no cristalizador ocorre sob ar. No cristalizador as partículas são aquecidas em várias câmaras por um gás quente de fluidização em 5 a 20 minutos até uma temperatura de cerca de 165 °C e então são cristalizadas até um grau de cristalização de cerca de 35%. Através de um ou mais bombeamentos opcionais, as partículas cristalizadas alcançam um preaquecedor c), o qual é operado sob nitrogênio. Igualmente opcionalmente, antes do preaquecedor pode estar disposto

um dispositivo de remoção de poeira. Caso seja operado um dispositivo de remoção de poeira com um gás de fluidização, então ocorre simultaneamente uma elevação de temperatura entre 1 e 20 °C. Entre o cristalizador e o preaquecedor está disposta pelo menos uma válvula borboleta, para evitar um afluxo exagerado de nitrogênio. No preaquecedor as partículas são aquecidas, com uma corrente quente de gás de processo, até uma temperatura de cerca de 216 °C em cerca de 30 a 120 minutos, sendo que antes da saída ocorre uma redução da temperatura de 1 – 10 °C. O grau de cristalização das partículas se eleva aqui a cerca de 44%. O valor IV se eleva a cerca de 0,63 dl/g.

[000142] As partículas quentes são divididas após a saída do preaquecedor em duas correntes de produto, cada qual com cerca de 31,3 t/h. Ocorrem então dois transportes quentes paralelos pneumáticos sob nitrogênio, sendo que para cada um são empregados 2,2 t/h de gás de transporte com uma temperatura de 200 °C. O bombeamento supera aqui uma diferença de altura de cerca de 55 metros do ponto mais baixo até o ponto mais alto. Ao longo do trecho de transporte, o diâmetro interno do duto se eleva de 180 mm até 280 mm, sendo que o diâmetro interno determinante no fim do trecho de transporte é de 280 mm. A velocidade de transporte é dessa forma mantida constante na faixa entre 7 e 11 m/s, sendo que a velocidade de transporte determinante é de 11 m/s no final do trecho de transporte. A temperatura média de transporte é de 212 °C. Os transportes conduzem diretamente ao reator d), sendo que graças ao espaçamento entre os dutos de transporte nas entradas do reator são gerados dois cones de massa, o que leva a uma melhor utilização do volume do reator.

[000143] Assim são alimentados 62,6 t/h de partículas de prepolímero ao reator. O reator tem um volume de 687 m³ e uma altura cilíndrica de 35 m. O tempo de residência no reator é de cerca de 9 horas. Alimenta-se ao reator por baixo com nitrogênio limpo a cerca de 170 °C.

A proporção entre quantidade de gás e quantidade de produto é de 1 a 3,2. A perda de pressão ao longo do reator é de cerca de 700 mbar. A velocidade de assentamento das partículas no reator é de 3,9 m/h. Através do tratamento no reator a viscosidade intrínseca se eleva até um valor de 0,86 dl/g. As partículas de polímero no ponto (D) podem ser empregadas diretamente no estado quente e seco para processamento posterior, por exemplo para pré-formas para garrafas PET. Sob o reator está disposto um resfriador 3, no qual as partículas de polímero são resfriadas com ar. Após o resfriamento, as partículas de polímero saindo do ponto (E) são transportadas ao silo de armazenamento 2 ou tanque de transporte.

[000144] O nitrogênio do reator é empregado primeiramente como gás de troca no preaquecedor e em seguida, por meio de um lavador de gás operado com etilenoglicol, é purificado de componentes voláteis, tais como etilenoglicol, água e acetaldeído em várias etapas, e assim é resfriado a abaixo de 10 °C. O conteúdo de água restante é de cerca de 15 ppm, o conteúdo de etilenoglicol de cerca de 25 ppm e o conteúdo de acetaldeído de cerca de 75 ppm. Oxigênio, que penetra na instalação junto com o polímero ou através da válvula borboleta, é removido da corrente parcial de nitrogênio por queima catalítica a 200 até 350 °C. Como combustível emprega-se aqui o acetaldeído remanescente na corrente de gás, cujo conteúdo é ainda mais reduzido dessa forma. Nitrogênio purificado é por sua vez empregado como gás fresco para o reator, como gás de resfriamento no final do preaquecedor, assim como gás de transporte desde o preaquecedor até o reator.

[000145] O gás quente de saída do resfriador é purificado de quaisquer restos de poeira por meio de um ciclone e em seguida é conduzido como gás de troca até o circuito de gás de cristalização, com o que economiza-se a quantidade de energia para aquecimento do gás de troca.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de um poliéster termoplástico com as seguintes etapas:

a) preparação de partículas de prepolímero de poliéster com uma viscosidade intrínseca entre 0,35 e 0,75 dl/g,

b) cristalização das partículas de prepolímero de poliéster para preparação de partículas de prepolímero de poliéster semicristalinas,

c) preaquecimento das partículas de prepolímero de poliéster semicristalinas até uma temperatura de reação apropriada para preparação de partículas de prepolímero de poliéster aquecidas,

d) reação das partículas de prepolímero de poliéster aquecidas para preparação de partículas de polímero de poliéster com uma viscosidade intrínseca entre 0,70 e 0,95 dl/g, em que o aumento da viscosidade intrínseca é de pelo menos 0,05, em particular pelo menos 0,1 dl / g,

sendo que a reação na etapa d) ocorre em pelo menos um reator, através do qual as partículas escoam por gravidade,

sendo que o tempo de residência no reator se situa entre 6 e 30 horas, em que a viscosidade intrínseca (I.V.) é determinada pela medição da viscosidade relativa (R.V.) de uma amostra de poliéster com uma concentração de 0,5% (0,5g/dl) em uma mistura de fenol /diclorobenzeno (50 : 50 % em peso) a 25 °C com um viscosímetro de Ubbelohde de acordo com a norma DIN No. 53728 parte 3 de janeiro de 1985 com base na equação

$$I.V. = \frac{\sqrt{1 + 1.4(R.V. - 1)} - 1}{0.35}$$

(dl/g)

caracterizado pelo fato de que as partículas (1) são alimentadas pelo menos na etapa (d) com uma vazão mássica entre 40 e

100 toneladas por hora, e a velocidade de assentamento das partículas no reator se situa em mais de 2 e 6 metros por hora.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a reação na etapa d) ocorre em uma corrente de gás inerte, sendo que os produtos de reação das reações elevadoras de peso molecular são transportados das partículas para o gás, e a diferença de pressão entre a entrada de gás no reator e a saída de gás do reator se situa entre 450 e 1000 mbar.

3. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que as partículas de prepolímero de poliéster entram na etapa b) da cristalização e a etapa c) do preaquecimento são transportadas de um nível de saída (HA) até um nível de entrada (HE) que se situa mais elevado.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que as partículas de prepolímero de poliéster são conduzidas através de um equipamento de remoção de poeira antes da etapa c).

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que as partículas de prepolímero de poliéster da etapa a) apresentam um teor de grupos carboxila terminais (X_{COOH}) entre 0,25 e 0,6, e que durante a manipulação nas etapas b), c) e d) a participação da reação de esterificação (E) nas reações de policondensação (E+T) se situa entre 0,5 e 1.

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que as partículas de prepolímero de poliéster da etapa c) são transportadas de um nível de partida (H0) até um nível de entrada (HR) no reator, e o nível de entrada (HR) se situa entre 40 e 80 metros mais alto do que o nível de saída (H0).

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindica-

ções anteriores, caracterizado pelo fato de que o transporte das partículas de prepolímero aquecidas da etapa c) ocorre a uma temperatura de transporte (TF), que se situa de preferência entre 5 e 80 °C abaixo do ponto de fusão cristalino do poliéster.

8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o transporte das partículas de prepolímero aquecidas da etapa c) ocorre por meio de um transporte pneumático.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o transporte das partículas de prepolímero aquecidas da etapa c) ocorre através de um duto de transporte com um diâmetro interno (DF), sendo que o diâmetro interno (DF) se situa entre 250 mm e 500 mm.

10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o transporte ocorre a uma velocidade de transporte (VF), que se situa entre 5 e 12 m/s.

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o transporte das partículas de prepolímero aquecidas da etapa c) ocorre através de pelo menos dois dutos de transporte.

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que as partículas são alimentadas pelo menos a um dispositivo individual das etapas b), c) ou d) com uma vazão mássica entre 40 e 100 toneladas por hora.

13. Dispositivo para preparação de um poliéster termoplástico como definido em uma das reivindicações de 1 a 12, que abrange

a) um reator de policondensação de fundido a) para a preparação de partículas de prepolímero de poliéster com uma viscosidade intrínseca entre 0,35 e 0,75 dl/g

b) pelo menos um cristalisador b) para a cristalização de

partículas de prepolímero de poliéster para a preparação de partículas de prepolímero de poliéster semicristalinas

c) pelo menos um preaquecedor c) para o aquecimento das partículas de prepolímero de poliéster semicristalinas até uma temperatura de reação apropriada para a preparação de partículas de prepolímero de poliéster aquecidas

d) pelo menos um reator d) para a preparação de partículas de polímero de poliéster com uma viscosidade intrínseca entre 0,70 e 0,95 dl/g, em que o aumento da viscosidade intrínseca é de pelo menos 0,05, em particular pelo menos 0. ldl/a, em que a viscosidade intrínseca (I.V.) é determinada pela medição da viscosidade relativa (R.V.) de uma amostra de poliéster com uma concentração de 0,5% (0,5 g/dl) em uma mistura de fenol /diclorobenzeno (50 : 50 % em peso) a 25 °C com um viscosímetro de Ubbelohde (conforme norma DIN No. 53728, parte 3 de janeiro de 1985) com base na equação

$$I.V. = \frac{\sqrt{1+1,4(R.V.-1)}-1}{0,35} \quad (\text{dl/a}),$$

caracterizado pelo fato de que antes do preaquecedor c) está disposto um dispositivo de remoção de poeira, o nível de entrada (HR) no reator d) se situa entre 40 e 80 metros mais elevado do que o nível da saída H0 do preaquecedor c).

14. Dispositivo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que o reator d) pode ser operado com uma vazão mássica entre 40 e 100 toneladas de partículas por hora, um tempo de residência de partículas no reator d) entre 6 e 30 horas e uma velocidade de assentamento das partículas no reator d) entre 2 e 6 metros por hora.

15. Dispositivo de acordo com a reivindicação 13 ou 14, caracterizado pelo fato de que o preaquecedor c) e o reator d) são ligados entre si por pelo menos dois dutos de transporte.

16. Dispositivo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que os dutos de transporte são introduzidos separadamente no reator d), sendo que as entradas são direcionadas de forma diferente ou são dispostas bem afastadas entre si.

17. Dispositivo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que os dutos de transporte apresentam diâmetro interno (DF) entre 250 mm e 500 mm.

18. Dispositivo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o cristalizador b) e o preaquecedor c) são dispostos lado a lado e são ligados entre si através de um duto de transporte.

19. Processo para remoção de poeira de partículas de prepolímero de poliéster, caracterizado pelo fato de que a remoção de poeira ocorre em um aparelho de leito fluidizado a uma temperatura na faixa de 100 a 250 °C, em particular de 130 a 200°C, com uma capacidade de vazão específica de 10 a 100 t/h por m² de superfície de peneira, em particular acima de 15 t/h por m² de superfície de peneira.

FIG. 1

