



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

(21) **PI0612256-6 A2**

(22) Data de Depósito: 13/06/2006
(43) Data da Publicação: 26/10/2010
(RPI 2077)



(51) *Int.Cl.:*

C08G 63/80
C08G 63/78
C08G 69/06
B29B 13/02
B29C 31/02

(54) Título: **MÉTODO E INSTALAÇÃO PARA AUMENTAR A VISCOSIDADE INTRÍNSECA DE MATERIAL DE POLIÉSTER POR POLICONDENSAÇÃO EM FASE SÓLIDA**

(30) Prioridade Unionista: 14/06/2005 AT A 1000/2005

(73) Titular(es): MARKUS FELLINGER

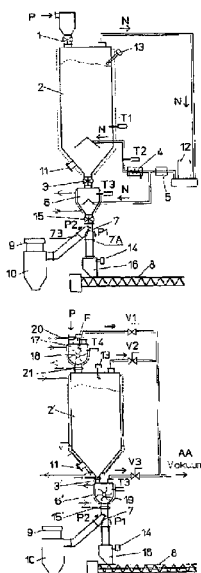
(72) Inventor(es): MARKUS FELLINGER

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

(86) Pedido Internacional: PCT AT2006000237 de 13/06/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2006/133469 de 21/12/2006

(57) **Resumo:** MÉTODO E INSTALAÇÃO PARA AUMENTAR A VISCOSIDADE INTRÍNSECA DE MATERIAL DE POLIÉSTER POR POLI-CONDENSAÇÃO EM FASE SÓLIDA. A presente invenção refere-se a uma instalação para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster por policondensação em fase sólida (SSP) que compreende um recipiente de reação aquecível (2, 2'), no qual o material de poliéster (P) pode ser deixado residir a uma temperatura de termotratamento predeterminada por um tempo de residência predeterminado, até que ele tenha atingido uma viscosidade intrínseca desejada, e um recipiente de resfriamento (6, 6') disposto a jusante do recipiente de reação, em que o recipiente de resfriamento (6, 6') é desenhado para resfriar o material de poliéster descarregado do recipiente de reação para uma primeira temperatura de resfriamento que é menor que a temperatura de reação. A jusante do recipiente de resfriamento (6, 6'), um separador de material de poliéster (7) é disposto, o qual é desenhado para desviar o fluxo de material de poliéster para uma máquina de processamento de material de poliéster (8) e/ou para um recipiente de armazenagem intermediária (10).



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "MÉTODO E INSTALAÇÃO PARA AUMENTAR A VISCOSIDADE INTRÍNSECA DE MATERIAL DE POLIÉSTER POR POLICONDENSAÇÃO EM FASE SÓLIDA".

5 A presente invenção refere-se a um método e instalação para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster por policondensação em fase sólida, em que o material de poliéster é introduzido em um recipiente de reação e é deixado residir no recipiente de reação em uma temperatura de termotratamento predeterminada, por um tempo de residên-
10 cia predeterminado até que o material de poliéster exiba uma viscosidade intrínseca desejada, e, subsequente, o material de poliéster é enviado para um recipiente de resfriamento, onde ele é resfriado para uma temperatura abaixo de uma primeira temperatura de resfriamento, que é menor que a temperatura de reação.

15 Para a produção de poliésteres de alto peso molecular, tais como, por exemplo, PET e PEN, as propriedades de poliéster, que são únicas dentre os materiais sintéticos, são utilizadas, de acordo com a quais ocorre a policondensação de moléculas de poliéster e, logo, a viscosidade do poliéster é aumentada se o poliéster é deixado residir em altas temperaturas. O
20 poliéster é deixado residir sob vácuo ou gás inerte de modo a impedir degradação oxidativa. Essa obtenção de poliésteres de alto peso molecular a partir de um material de partida de poliéster de baixo peso molecular é efetuada usualmente por policondensação por fusão (MPPC) ou policondensação em fase sólida (SSP) ou uma combinação de ambos os métodos.

25 Durante a policondensação por fusão, o fundido de poliéster é processado sob alto vácuo de cerca de 100 Pa (1 mbar), a temperaturas de cerca de 270°C a 300°C, por aproximadamente 30 minutos a 5 horas. Isso envolve a desvantagem de, devido às altas temperaturas de processamento, ocorrer o processo de degradação oxidativa do poliéster, inicialmente ilus-
30 trado, que resulta em coloração amarela e contraposição à policondensação do poliéster. Os valores de viscosidade intrínseca obteníveis pela policondensação por fusão elevam-se a aproximadamente 0,16 IV (= Viscosidade

Intrínseca).

Durante a policondensação em fase sólida, o fundido de poliéster é usualmente extrudado através de várias matrizes, e os fios plásticos assim formados são, subsequente, resfriados em um banho de água.

- 5 Depois da solidificação, os fios plásticos são granulados, isto é eles são cortados em pelotas. Devido ao rápido resfriamento, o poliéster é fornecido em estado amorfo. Isso é importante porque os materiais de poliéster, que eram originalmente transparentes, permanecem transparentes no estado amorfo, ao passo que o poliéster que é lentamente resfriado assume um estado cristalino, em que o material que era originalmente transparente se torna branco. Para posterior processamento, os grânulos de poliéster devem ser reaquecidos com aglutinação dos corpos granulares na faixa de temperatura de cristalização (80 – 120°C). Portanto, os grânulos são inicialmente supridos a um assim chamado cristizador, no qual eles são levados para uma temperatura acima da temperatura de cristalização, sob agitação vigorosa, de modo a recuperar a escoabilidade dos corpos granulares para posterior tratamento, que é de máxima importância para o transporte e a secagem em um recipiente sem dispositivo agitador. Além disso, os grânulos absorvem menos umidade na forma cristalina, permitindo, deste modo, tempos de residência mais curtos durante a secagem. Logo a seguir, os grânulos são supridos a um recipiente de policondensação em fase sólida, também referido como um reator de SSP (Policondensação em Estado Sólido) ou um recipiente de termotratamento, de modo a aumentar a viscosidade intrínseca, são aquecidos nele para aproximadamente 190 a 250°C e, subsequente, são deixados no reator de SSP sob estas condições por cerca de 1 a 40 horas, até que a viscosidade intrínseca seja obtida.

Os métodos para SSP podem ser basicamente divididos em dois grupos, isto é uma PPS contínua, conforme descrição, por exemplo, em DE 100 54 240, em que nitrogênio é normalmente usado como o gás inerte e, ao mesmo tempo, serve como um meio de transferência de calor e um meio de transporte para produtos de separação isolados da policondensação, e uma SSP descontínua, conforme descrição em DE 197 10 098, em que o material

sintético é preenchido um secador de tambor, é aquecido sob vácuo a uma temperatura acima da temperatura de reação, é deixado residir nesta temperatura até obtenção da viscosidade intrínseca desejada, e subseqüentemente é resfriado para uma temperatura abaixo da temperatura de reação, novamente no mesmo tambor. Um método de SSP contínuo é também descrito no WO 2004/029130 A1. Deve ser mencionado que os métodos de SSP contínuos e semicontínuos, respectivamente, descritos nas publicações mencionadas acima, são somente adequados para aumentar a viscosidade intrínseca de grânulos de plástico de tal maneira na qual os grânulos de plástico são resfriados no reator de SSP depois de terem atingidos a viscosidade intrínseca desejada por permanecerem no reator de SSP em temperatura acima da temperatura de reação, e são aí armazenados no estado resfriado.

Métodos mais novos permitem que a etapa de policondensação em fase sólida seja eliminada ao gerar a viscosidade intrínseca desejada diretamente por policondensação do fundido (MPPC), usando desenhos específicos da instalação e tempos de residência mais longos do material de poliéster. Contudo, esse método de aumentar a viscosidade intrínseca é desvantajoso particularmente para a produção de pré-forma já que ao se omitir a etapa de SSP, redução de acetaldeído, que normalmente ocorre no estado sólido, é também omitida no poliéster. Contudo, a dita redução de acetaldeído é essencial para algumas aplicações de poliéster no campo de produção de alimentos, de modo que se a viscosidade intrínseca é aumentada por MPPC, a adição de aditivos dispendiosos é necessária de modo a obter a redução desejada do acetaldeído.

Depois do tratamento para aumentar a viscosidade intrínseca, poliésteres de alto peso molecular, tais como PET, PEN, PA ou PC, são empregados em numerosos campos de aplicação, por exemplo, nas assim chamadas pré-formas para a produção de garrafas de plástico, ainda para tiras, filmes e folhas termoconformados, etc. O tratamento do material de poliéster para aumentar a viscosidade intrínseca ocorre em refinarias de acordo com um dos métodos descritos acima, subseqüentemente, os grânulos

los de plástico tratados são resfriados para a temperatura ambiente, preenchidos em recipientes de transporte e enviados, por exemplo, para uma planta de pré-formas. Já que os grânulos de poliéster têm água retida durante a armazenagem e transporte devido às suas propriedades higroscópicas, os grânulos de poliéster de alto peso molecular devem ser inicialmente aquecidos em um secador do estado frio para aproximadamente 160 - 180°C na planta de pré-formas de modo a remover a água retida antes que eles possam ser processados em pré-formas em máquinas de moldagem por injeção. Para secagem dos grânulos, são requeridos tempos de residência de 6 horas ou mais no secador, de outro modo, o resultado seria de grandes perdas de viscosidade do poliéster. Essa etapa de secagem necessária limita a velocidade de processamento dos grânulos de plástico e necessita de um alto consumo de energia, em que, considerando o balanço de energia total, o resfriamento dos grânulos de poliéster na refinaria e seu reaquecimento mais tardio na planta de processamento são extremamente desvantajosos.

De modo a aperfeiçoar o balanço de energia total, já foi sugerido que os grânulos de poliéster não deveriam ser submetidos a um tratamento de SSP já na refinaria quando eles estão sendo produzidos, mas que o dito tratamento de SSP dos grânulos de poliéster deveria ser efetuado somente na planta de processamento imediatamente antes dos ditos grânulos serem processados em uma máquina de processamento, tal como uma máquina de moldagem por injeção. Para esse propósito, os grânulos produzidos na refinaria, que têm, tipicamente, uma viscosidade intrínseca de aproximadamente 0,64 IV, são enviados para um reator de SSP disposto a montante da máquina de processamento e são submetidos nele ao tratamento de SSP para elevar a viscosidade intrínseca para os valores desejados, em que a secagem do material ocorre simultaneamente e o acetaldeído nos grânulos é reduzido para menos que 1 ppm. Para a produção de pré-formas, uma matéria-prima econômica diretamente da refinaria, que não tenha sido tratada por SSP, pode ser assim usada.

Contudo, as sugestões prévias referentes à implementação do tratamento de SSP de um material sintético imediatamente antes do dito material ser processado em máquinas de moldagem por injeção etc. requer que a operação contínua seja mantida depois de início da instalação, já que não seria possível controlar as reações do material sintético que ocorrem na instalação, que podem levar a uma qualidade instável do material sintético e/ou à ocorrência de substâncias prejudiciais; o último é inaceitável na fabricação de produtos para a indústria alimentícia (garrafas PET, etc.). Na prática, contudo, uma operação contínua uniforme não pode ser garantida na operação diária das plantas de processamento de plástico, seja isso devido ao mau funcionamento ou devido às retromontagens necessárias das máquinas e das ferramentas, que requerem uma pausa temporária das máquinas ou pelo menos uma velocidade operacional substancialmente reduzida.

Portanto, o objetivo da presente invenção é proporcionar um método e um dispositivo do tipo inicialmente definido por meio do que as desvantagens da técnica anterior, descritas acima, são diminuídas ou mesmo eliminadas. Em particular, um objetivo da presente invenção é proporcionar método e instalação para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster por policondensação em fase sólida, em que, em vez de um secador, um reator de SSP é disposto diretamente a montante de uma máquina de processamento de plástico tal como uma máquina de moldagem por injeção ou de extrusão, por meio de que, contudo, uma taxa de fluxo variável do material sintético ou uma parada da máquina de processamento de plástico não levará a uma qualidade instável do material sintético suprido, ou longos tempos de partida e/ou a altas perdas de material, como resultado interrupção e reinício do reator de SSP não terão que ser tolerados.

A presente invenção resolve o problema descrito acima ao proporcionar um método para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster tendo as características caracterizadoras da reivindicação 1, bem como ao proporcionar uma instalação para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster tal como definido na reivindicação 13. Modalidades vantajosas da invenção são estabelecidas nas reivindicações

dependentes. A temperatura de reação é a temperatura na qual o aumento da viscosidade intrínseca do poliéster começa a ser mensurável. Para PET, ela é, por exemplo, 180°C. A medição do aumento da viscosidade intrínseca pode ser realizada de acordo com o padrão DIN, DIN 53 728 "Determination of the Viscosity number of Polyethylene Terephthalate (PETP) ou Polybutylene Terephthalate (PBTP) in a Diluted Solution".

De acordo com a invenção, o aumento da viscosidade intrínseca de um material de poliéster é efetuado por policondensação em fase sólida (SSP) em um recipiente de reação aquecível, em que o recipiente de reação é disposto a montante de uma ou várias máquinas de processamento de plástico. Pelo uso do recipiente de reação (reator de SSP) antes das máquinas de processamento de plástico (máquina de moldagem por injeção, extrusora para filmes, tiras, monofilamentos ou folhas, etc.), os custos com matéria-prima podem ser reduzidos de aproximadamente 10-20% em comparação com o envio de material de poliéster que tenha sido pré-tratado por SSP em uma refinaria, já que a secagem do material enviado não é requerida. O material de poliéster é introduzido no recipiente de reação e é deixado ali por um tempo de residência predeterminado, em uma temperatura de termotratamento predeterminada, que é pelo menos a temperatura de reação do material de poliéster até que ele tenha alcançado uma viscosidade intrínseca desejada. Subseqüentemente, ele é enviado para um recipiente de resfriamento disposto a jusante do recipiente de reação e é resfriado para uma primeira temperatura de resfriamento no recipiente de resfriamento, em que a temperatura de resfriamento é menor que a temperatura de reação do material de poliéster, por meio do que um posterior aumento da viscosidade intrínseca do material de poliéster é interrompido. De acordo com a invenção, o material de poliéster resfriado é transportado do recipiente de resfriamento para um separador de material de poliéster disposto a jusante do recipiente de resfriamento e desenhado para desviar o fluxo do material de poliéster para uma máquina de processamento de material de poliéster e/ou para um recipiente de armazenagem intermediária. Na operação normal da produção, o separador de material de poliéster é estabelecido de modo que

o material de poliéster resfriado é suprido para pelo menos uma máquina de processamento. No caso de um mau funcionamento ou interrupção da máquina de processamento ou se a retromontagem de uma ou de várias máquinas de processamento se torna necessária, o separador de material de poliéster é desviado de tal modo que pelo menos uma corrente parcial do material sintético é desviada para um recipiente de armazenagem intermediária; no caso de uma parada total das máquinas de processamento, todo o fluxo de material sintético é transportado para o recipiente de armazenagem intermediária. O recipiente de armazenagem intermediária pode ser construído de qualquer tamanho de modo a assegurar que capacidade de armazenagem intermediária suficiente seja proporcionada também no caso de longos tempos de interrupção das máquinas de modo a acomodar o material de poliéster tratado por SSP, que tenha se acumulado nesse intervalo. A essencial vantagem da invenção em comparação com a técnica anterior é que, mesmo no caso de uma parada temporária das máquinas de processamento ou no caso de uma velocidade de processamento reduzida do material de poliéster, não será necessário intervir no processo de SSP, mas o dito processo pode ainda prosseguir, e também não é particularmente necessário interromper o processo de SSP. É entendido o quão importante isso é se for considerado que entre 1 tonelada a aproximadamente 10 toneladas de grânulos de poliéster ou de estoque triturado acima da temperatura de reação de 180°C ou mais estão usualmente localizados no reator de SSP. Com respeito à engenharia de processamento, é difícil de ser conseguir o resfriamento uniforme tal como de uma grande quantidade de material sintético no reator de SSP de modo a interromper o processo de SSP e para subsequentemente reaquecer a dita quantidade de material sintético, assegurando, assim, um tempo de residência uniforme acima da temperatura de reação e logo uma viscosidade intrínseca uniforme para todo o material sintético.

Através do uso do reator de SSP diretamente antes da máquina de processamento, a viscosidade do material sintético na instalação de acordo com a invenção pode ser individualmente ajustada para a etapa de processamento na máquina de processamento e, respectivamente, para o

produto fabricado nela, e posteriores otimizações de processo, com respeito aos tempos de ciclo, podem ser assim realizadas. Por exemplo, um material sintético, como um produto de partida, para pré-formas para a produção de garrafas de plástico para água mineral com baixo teor de carbonatação re-

5 quer uma viscosidade intrínseca de somente 0,72 IV por causa das propriedades de resistência mecânica menor das garrafas, garrafas de CSD requerem valores de viscosidade intrínseca da matéria-prima de 0,82 IV devido à pressão maior na garrafa. Já que, na instalação de acordo com a invenção, a viscosidade intrínseca do material de poliéster pode ser individualmente

10 ajustada diretamente antes da máquina de processamento, a mesma matéria-prima pode ser comprada, que simplifica logística (por exemplo, a limpeza das tremonhas de matéria-prima, que é necessária quando o material é substituído, pode ser omitida) e permite preços de compra mais baixos devido às maiores quantidades de ordens de compra. Além disso, já que seguindo

15 ao tratamento de SSP do material de poliéster, a armazenagem de longo prazo do material não é requerida, mas o material é processado imediatamente, o teor de acetaldeído no material não pode aumentar como acontece em uma produção convencional devido à armazenagem e ao transporte. Assim, de acordo com a invenção, não são requeridos aditivos dispendiosos ou

20 processos pós-tratamento específicos para reduzir o teor de acetaldeído, mas, de acordo com a invenção, uma redução do teor de acetaldeído ocorre no reator de SSP diretamente antes da máquina de processamento. Por causa do termotratamento do material de poliéster e um tempo de residência longo de tipicamente mais que 6 h no recipiente de reação, pode se assumir

25 que os valores prescritos pelo FDA são obtidos, pois o processo de difusão no recipiente de reação produz uma significativa redução de possíveis impurezas no material de poliéster. Isso possibilita aplicações, tais como, a extrusão direta de filmes para contato com alimentos e aplicações de moldagem por injeção no campo de produção alimentícia, independentemente de um

30 processo de lavagem a montante do material de poliéster.

Em uma modalidade da invenção, é providenciado que o material de poliéster, quando é para ser enviado subsequente para o recipi-

ente de armazenagem intermediária, seja resfriado para uma segunda temperatura de resfriamento no recipiente de resfriamento, em que a segunda temperatura de resfriamento é menor que a primeira temperatura de resfriamento. A segunda temperatura de resfriamento deve elevar-se a não mais que 160°C, preferivelmente não mais que 140°C, dependendo do material de poliéster, em alguns casos, ela deve ser distintamente menor (por exemplo, não mais que 80°C), já que PET, por exemplo, se torna amarelo quando ele é armazenado a uma temperatura acima de 160°C. O controle do recipiente de resfriamento é adequadamente acoplado à posição do separador do material de poliéster.

Em uma modalidade da invenção, que é particularmente adequada para instalações de pequeno e médio porte, o recipiente de resfriamento é desenhado de modo a ser evacuável e é, preferivelmente, operado sob vácuo de entre 10 Pa (0,1 mbar) a 1.000 Pa (10 mBar).

Em uma modalidade alternativa da invenção, que, devido a uma melhor transferência de energia térmica, resulta em resfriamento mais rápido do material sintético, o material de poliéster é resfriado por ar seco ou um gás inerte no material de resfriamento. Contudo, com essa modalidade, o esforço pertencente ao aparelho é maior, particularmente se um gás inerte é usado, o qual deve ser conduzido em um circuito fechado e purificado.

O recipiente de resfriamento da instalação, de acordo com a invenção, pode agir como um recipiente de descarga para o recipiente de reação, com cuja finalidade ele é desenhado como um recipiente de travamento que compreende dispositivos de passagem estanques ao vácuo na sua entrada de material de poliéster e na sua saída de material de poliéster. O material de poliéster resfriado é, assim, descarregado em bateladas.

De modo a aumentar a velocidade de resfriamento do material de poliéster no recipiente de resfriamento, em uma modalidade vantajosa da instalação de acordo com a invenção, o recipiente de resfriamento é provido de um dispositivo de agitação.

Em uma modalidade preferida da invenção, o material de poliéster é aquecido para pelo menos a temperatura de reação já antes dele ser

introduzido no recipiente de reação. Isso pode ocorrer em pequenas quantidades em um recipiente preaquecido disposto a montante do recipiente de reação, por meio de que o material aquecido é enviado em bateladas a partir do recipiente de preaquecimento para o recipiente de reação.

- 5 Deve ser notado que a temperatura de tratamento térmico no recipiente de reação é certamente selecionada dependendo do material, mas, contudo, para a maior parte dos materiais, ela deve ser de pelo menos 180°C.

- 10 Em uma modalidade da invenção, que, devido a seu desenho simples, é particularmente adequada para instalações de pequeno e grande porte, o recipiente de reação pode ser mantido sob vácuo preferivelmente de entre 10 Pa (0,1 mBar) a 1.000 Pa (10 mbar). Alternativamente, o meio de transferência de calor, preferivelmente um gás inerte ou ar seco, é passado através do recipiente de reação. Contudo, esse desenho envolve um efeito
15 significativamente maior pertencente ao aparelho, que é bem-sucedido somente em plantas de fabricação em grande escala.

Com referência aos desenhos, a invenção é agora ilustrada em mais detalhes com base em duas modalidades exemplificativas as quais, contudo, não limitam a invenção.

- 20 Nos desenhos, a Figura 1 mostra, em um diagrama em conexão esquemática de uma primeira modalidade de uma instalação de acordo com a invenção para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster, e a Figura 2 mostra, em um diagrama em conexão esquemática, uma segunda modalidade de uma instalação de acordo com a invenção para au-
25 mentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster.

- Inicialmente, com referência à Figura 1, é ilustrada uma primeira modalidade de instalação, de acordo com a invenção, para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster com um recipiente de reação aquecido com ar seco ou um gás inerte. Um material de poliéster P, que
30 compreende PET, PA, PC, etc. e é fornecido como grânulos ou como um estoque triturado feitos de garrafas, pré-formas, etc., é suprido em forma cristalina, preferivelmente depois de ter sido preaquecido, via um dispositivo

de passagem 1, ilustrado como uma válvula rotativa, a um recipiente de reação de SSP 2, onde é aquecido para uma temperatura de termotratamento, que é pelo menos tal alta quanto a temperatura de reação do material de poliéster a ser tratado e, preferivelmente, mais alta embora seja menor que a temperatura de fusão do material de poliéster, usando um meio N de transferência de calor, por exemplo, gás inerte tal como nitrogênio ou ar seco. A temperatura de reação é a temperatura na qual o aumento da viscosidade intrínseca do material de poliéster começa a ser mensurável. A temperatura de termotratamento é ajustada dependendo do material de poliéster fornecido, contudo, ela geralmente chega a pelo menos 180°C, preferivelmente a cerca de 220°C. A temperatura interna do recipiente de reação é medida usando um sensor de temperatura T1. O meio de transferência de calor N é fornecido ao recipiente de reação 2 na região mais baixa dele e é sugado na região superior do recipiente de reação 2 via um ventilador (não ilustrado) ou um insuflador de canal lateral 12 e é liberado de impurezas e umidade incluídas, respectivamente, via um dispositivo depurador de gás e secador 5, respectivamente. Subseqüentemente, o meio de transferência de calor N é aquecido para a temperatura de termotratamento usando um aquecedor 4 e é novamente fornecido ao recipiente de reação 2, em que a temperatura do meio de transferência de calor N é medida por um sensor de temperatura T2 na tubulação de suprimento para o recipiente de reação 2. A referência numérica 13 indica um sensor de nível para o recipiente de reação 2.

No curso do tempo de residência do material de poliéster no recipiente de reação de SSP 2, ocorre policondensação em fase sólida do material de poliéster, levando a um aumento de sua viscosidade intrínseca, pelo que co-produtos assim formados ou aí presentes, respectivamente, são sugados com o fluxo do meio de transferência de calor. Na região mais baixa do recipiente de reação 2, uma abertura 11 para retirada de amostra é proporcionada de modo a determinar o grau de polimerização do material sintético.

Via um dispositivo de passagem 3 desenhado como uma roda de travamento, o poliéster é transportado do recipiente de reação 2 para um

recipiente de resfriamento 6 seguinte a seu tratamento de SSP. Na saída do recipiente de travamento 6, um outro dispositivo de passagem 15 é disposto, seguido por um separador de material de poliéster 7 que compreende duas saídas 7A, 7B, em que a saída 7A é conectada com uma tubulação a uma máquina de processamento de material de poliéster 8, desenhada aqui como uma extrusora de parafuso, e a saída 7B é conectada com uma tubulação a um recipiente de armazenagem intermediária 10. Dependendo da posição, o separador de material de poliéster 7 divide o fluxo de material de poliéster que passa através do dispositivo de passagem em um fluxo de material P1 que leva à máquina de processamento 8 ou para um fluxo de material P2 que leva para o recipiente de armazenagem intermediária 10, com posições intermediárias, isto é o desvio de correntes parciais em ambos os percursos é também possível.

Dependendo de se a máquina de processamento a jusante 8 requer material que é medido por um sensor de nível 14, em uma tremonha de alimentação 16 da máquina de processamento 8, o material de poliéster no recipiente de resfriamento 6 é resfriado ou para uma primeira temperatura de resfriamento que está abaixo da temperatura de reação do material de poliéster no recipiente de reação 2, por exemplo, abaixo de 180°C para PET, ou para uma segunda temperatura de resfriamento que está abaixo da primeira temperatura de resfriamento, por meio do que a segunda temperatura de resfriamento é suposta estar abaixo de uma temperatura na qual o material de poliéster se torna amarelo durante a armazenagem, por exemplo, abaixo de 160°C para PET. É entendido que a segunda temperatura de resfriamento pode ser também significativamente mais baixa, por meio do que ela pode ser selecionada, por exemplo, de uma faixa entre 70 e 120°C. Um outro critério para a seleção da segunda temperatura de resfriamento é a resistência à temperatura do recipiente de armazenagem intermediária 10. A primeira temperatura de resfriamento pode, por exemplo, ser ajustada para uma faixa de entre 140 e 179°C, e a segunda temperatura de resfriamento pode ser ajustada para entre 70 e 139°C. O material de poliéster é sempre resfriado para a primeira temperatura de resfriamento se o material de poli-

éster é suposto ser fornecido à máquina de processamento 8. Nesse caso, resfriamento a uma temperatura menor que a temperatura de reação é certamente requerida para o processo de aumentar a viscosidade intrínseca, contudo, por razões de economia de energia, é por outro lado desejado o menor resfriamento possível, pois, na máquina de processamento 8, a temperatura do material sintético é novamente elevada para a temperatura de fusão e uma menor admissão de energia é assim requerida se o material sintético é introduzido na máquina de processamento já em uma temperatura mais alta. O material de poliéster é resfriado para a segunda temperatura de resfriamento (menor) se o material de poliéster é para ser enviado para a armazenagem intermediária 10. Nesse caso, é para ser assegurado que não mais ocorrerá uma coloração amarela do material de poliéster, isto é a segunda temperatura de resfriamento é escolhida de modo que ela fique, por exemplo, abaixo de 160°C para PET, ou, respectivamente, ela é escolhida para ser correspondentemente menor de modo a permitir armazenagem isenta de problemas do material de poliéster. O ajuste do recipiente de resfriamento 6 com respeito a qual das duas temperaturas de resfriamento o material nele é resfriado pode ser efetuado dependendo dos sinais do sensor de nível 14 ou dependendo da posição do separador de material de poliéster 7. Se o sensor de nível 14 indica que a tremonha de alimentação 16 está cheia, o separador de material de poliéster 7 é desviado de modo que a corrente de material de poliéster P2 flua para o recipiente de armazenagem intermediária 10, o material de poliéster no fluxo de material P2 tendo sido já previamente resfriado para a segunda temperatura de resfriamento. O fluxo de material P2 pode ser transportado através de um elemento de transporte tal como, por exemplo, por transporte sob vácuo 9. Se a máquina de processamento 8 requer novo material de poliéster, o separador de material de poliéster 7 é desviado de modo a conduzir o fluxo de material P1 para a máquina de processamento 8, em que o resfriamento do material para a primeira temperatura de resfriamento é ajustado simultaneamente no recipiente de resfriamento.

Com referência à Figura 2, uma segunda modalidade de uma instalação de acordo com a invenção para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster é agora ilustrada, a qual difere da primeira modalidade particularmente em que o recipiente de reação de SSP 2' é operado sob vácuo. Os componentes da segunda modalidade, correspondendo àqueles da primeira modalidade, são indicados por referências numéricas iguais e, no caso de diferenças estruturais, mas funções iguais, eles são adicionalmente providos de apóstrofos.

Via transporte sob vácuo, o material de poliéster cristalino P, preferivelmente preaquecido, é introduzido em bateladas em um recipiente de preaquecimento evacuável 17, servindo ao mesmo tempo como um travamento para vácuo para o recipiente de reação de SSP 2'. Para esse propósito, o recipiente de preaquecimento 17 é proporcionado em sua entrada como um desvio de passagem 20 na conformação de uma corrediça estanque ao vácuo e é também proporcionado em sua saída um dispositivo de passagem estanque ao vácuo 21. Para aquecimento mais rápido do poliéster para a temperatura de reação, o recipiente de preaquecimento é ainda provido de um dispositivo de agitação 18. A temperatura no recipiente de preaquecimento é medida por um sensor de temperatura T4. Depois da introdução do material de poliéster P, o recipiente de preaquecimento 17 é evacuado e o material de poliéster é aquecido para a temperatura de reação ou para uma temperatura mais alta, em qualquer caso, contudo, para a uma temperatura abaixo da temperatura de fusão, e, subsequente, é enviada para o recipiente de reação de SSP 2' por abertura do dispositivo de passagem 21. A referência numérica 13 indica um sensor de nível para o recipiente de reação 2'. Depois do tempo de residência desejado no recipiente de reação 2' (isto é, depois do IV desejado ter sido alcançado), o material de poliéster é enviado em bateladas, via um dispositivo de passagem 3', aqui desenhado como uma corrediça, para um recipiente de resfriamento 6', no qual o material de poliéster é resfriado para uma primeira temperatura de resfriamento, que é mais baixa que a temperatura de reação. O recipiente de resfriamento 6' tem um dispositivo de agitação 19 para acelerar o processo

de resfriamento. Através de um dispositivo de passagem 15' conformado como uma corrediça, o material de poliéster é, subseqüentemente, enviado para o separador de material de poliéster 7, que é desviado de modo que o fluxo de material de poliéster P1 é suprido para uma tremonha de alimentação 16 de uma máquina de processamento. Se o sensor de nível 14, na tremonha de alimentação 16 sinalizar "cheio", o dispositivo de passagem 15' é fechado e o separador de material de poliéster 7 é desviado de modo que o percurso de transporte entre o recipiente de resfriamento 6' e o recipiente de armazenagem intermediária 10 é aberto. O material de poliéster remanescente localizado no recipiente de resfriamento 6' é resfriado para uma segunda temperatura de resfriamento que é menor que a primeira temperatura de resfriamento de modo a impedir a aglutinação do material e oxidação do mesmo.

Depois da segunda temperatura de resfriamento ter sido atingida, que é medida pelo sensor de temperatura T3, o dispositivo de passagem 15' é reaberto e o fluxo de material de poliéster P2 é enviado para o recipiente de armazenagem intermediária 10 por um dispositivo de condução de vácuo 9. Embora a máquina de processamento não tenha capacidade para acomodar qualquer material de poliéster, seja isso devido a um mau funcionamento ou devido a um parada requerida como resultado de retromontagem, o processo de SSP no recipiente de reação 2' pode prosseguir ainda de um modo não alterado, isto é depois que termina o tempo de residência desejado, o material de poliéster é enviado em bateladas a partir do recipiente de reação de SSP 2' para o recipiente de resfriamento 6', é resfriado aí para a segunda temperatura de resfriamento e é então enviado para o recipiente de armazenagem intermediária 10.

O recipiente de preaquecimento 17, o recipiente de reação 2' e o recipiente de resfriamento 6' são conectados via dutos de vácuo para uma fonte de vácuo (não ilustrada) de modo que 10 Pa (0,1 mbar) a 1.000 Pa (10 mbar) possa ser gerado nos ditos recipientes. A evacuação dos recipientes individuais é controlada via válvulas V1, V2, V3 nos dutos de vácuo.

Além disso, deve ser mencionado que, igualmente, as modalida-

des da instalação de acordo com a invenção para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster por SSP são proporcionadas, as quais são feitas de uma combinação de partes das primeira e segunda modalidades ilustradas acima. Assim, em uma outra configuração de equipamento, o material de poliéster a ser suprido é inicialmente aquecido a uma temperatura levemente abaixo da temperatura de reação, por exemplo, para aproximadamente 170°C, por exemplo, em uma tubulação de suprimento enrolado em forma de espiral, usando ar quente ou seco, e, subsequente, é transportado para um recipiente de preaquecimento estanque ao vácuo, que tem uma capacidade relativamente pequena de, por exemplo, 100 kg.

Logo a seguir, o material de poliéster é aquecido sob ar seco para uma temperatura de termotratamento de, por exemplo, aproximadamente 200°C, no recipiente de preaquecimento, um travamento de vácuo entre a tubulação de suprimento e o recipiente de preaquecimento é então fechado, o recipiente de preaquecimento é evacuado, e 100 kg de poliéster são enviados para um recipiente de SSP tendo uma capacidade significativamente maior, onde o tratamento de SSP, com um tempo de residência definido, ocorre na temperatura de pré-tratamento. Depois de terminado o tempo de residência, o material de poliéster é enviado, em bateladas, para um recipiente de resfriamento e é resfriado aí para a primeira ou segunda temperatura de resfriamento, conforme descrição acima.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster por policondensação em fase sólida (SSP), em que o material de poliéster é introduzido em um recipiente de reação (2, 2') e é deixado residir no dito recipiente de reação em uma temperatura de termotratamento predeterminada, que é pelo menos tão alta quanto à temperatura de reação do material de poliéster, a partir do qual um aumento da viscosidade intrínseca é mensurável, por um tempo de residência predeterminado até que o material de poliéster exiba uma viscosidade intrínseca desejada, e, subsequentemente, o material de poliéster é enviado para um recipiente de resfriamento (6, 6'), onde ele é resfriado para uma primeira temperatura de resfriamento que é menor que a temperatura de reação, caracterizado pelo fato de que, a jusante do recipiente de resfriamento (6, 6'), o material de poliéster resfriado é enviado de um modo desviável para uma máquina de processamento de material de poliéster (8) e/ou para um recipiente de armazenagem intermediária (10).

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o material de poliéster no recipiente de resfriamento (6, 6') é resfriado para uma segunda temperatura de resfriamento, que é menor que a primeira temperatura de resfriamento e preferivelmente menor que a temperatura do material de poliéster na qual descoloração do material de poliéster ocorre, se ele é para ser subsequentemente enviado para o recipiente de armazenagem intermediária (10).

3. Método, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o material de poliéster no recipiente de resfriamento (6, 6') é resfriado sob vácuo.

4. Método, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o material de poliéster no recipiente de resfriamento (6, 6') é resfriado usando um meio de transferência de calor (N) tal como ar seco ou um gás inerte.

5. Método, de acordo com a reivindicação 3 ou 4, caracterizado pelo fato de que o recipiente de resfriamento (6, 6') é desenhado como um

recipiente de travamento evacuável, que compreende dispositivos de passagem estanques ao vácuo (3, 3'; 15, 15') na sua entrada de material de poliéster e na sua saída de material de poliéster.

5 6. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o resfriamento do material de poliéster no recipiente de resfriamento (6, 6') é efetuado sob agitação.

10 7. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o material de poliéster é aquecido para uma temperatura de termotratamento antes de ser introduzido no recipiente de reação (2, 2').

8. Método, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o material de poliéster é aquecido em um recipiente de preaquecimento (17) e é enviado em bateladas do recipiente de preaquecimento para o recipiente de reação (2').

15 9. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a temperatura de termotratamento se eleva para pelo menos 180°C.

20 10. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o recipiente de reação (2') é mantido sob vácuo de entre 100 Pa (0,1 mbar) e 1.000 Pa (10 mbar).

11. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 1 a 9, caracterizado pelo fato de que um meio de transferência de calor (N), preferivelmente um gás inerte ou ar seco, é passado através do recipiente de reação (2').

25 12. Método, de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a segunda temperatura de reação se eleva para não mais que 160°C, preferivelmente não mais que 140°C.

30 13. Instalação para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster por policondensação em fase sólida (SSP), que compreende um recipiente de reação aquecível (2, 2'), no qual o material de poliéster (P) pode ser deixado residir em uma temperatura de tratamento térmico predeterminada, que é pelo menos tão alta quanto à temperatura de rea-

ção do material de poliéster (P), por um tempo de residência predeterminado até que ele tenha atingido a viscosidade intrínseca desejada, e compreendendo um recipiente de resfriamento (6, 6') disposto a jusante do recipiente de reação, em que o recipiente de resfriamento (6, 6') é desenhado para resfriar o material de poliéster descarregado do recipiente de reação para uma primeira temperatura de resfriamento, que é menor que a temperatura de reação, caracterizada pelo fato de que, a jusante do recipiente de resfriamento (6, 6'), um separador de material de poliéster (7) é disposto, o qual é desenhado para desviar o fluxo de material de poliéster para uma máquina de material de poliéster (8) e/ou para um recipiente de armazenagem intermediária (10).

14. Instalação, de acordo com a reivindicação 13, caracterizada pelo fato de que a temperatura no recipiente de resfriamento (6, 6') é ajustável dependendo da posição do separador de material de poliéster (7), em que o material de poliéster no recipiente de resfriamento (6, 6') é resfriável para uma segunda temperatura de resfriamento que é menor que a primeira temperatura de resfriamento, se o separador de material de poliéster (7) é desviado de modo que o material de poliéster é suprido ao recipiente de armazenagem intermediária (10).

15. Instalação, de acordo com a reivindicação 13 ou 14, caracterizada pelo fato de que o recipiente de resfriamento (6') é evacuável, preferivelmente para um vácuo entre 10 Pa (0,1 mbar) e 1.000 Pa (10 mbar).

16. Instalação, de acordo com qualquer uma das reivindicações 13 a 15, caracterizada pelo fato de que um meio de transferência de calor (N), tal como ar seco ou gás inerte, pode ser passado através do recipiente de resfriamento (6).

17. Instalação, de acordo com a reivindicação 15 ou 16, caracterizada pelo fato de que o recipiente de resfriamento (6, 6') é desenhado como um recipiente de travamento evacuável que compreende dispositivos de passagem estanques ao vácuo (3, 3'; 15, 15') em sua entrada de material de poliéster e em sua saída de material de poliéster.

18. Instalação, de acordo com qualquer uma das reivindicações

precedentes 13 a 17, caracterizada pelo fato de que o recipiente de resfriamento (6') tem um dispositivo de agitação (19).

5 19. Instalação, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 13 a 18, caracterizada pelo fato de que um recipiente de preaquecimento (17), preferivelmente provido de um dispositivo de agitação aquecível (18), é disposto a montante do recipiente de reação (2'), em que o recipiente de preaquecimento (17) é preferivelmente desenhado como um recipiente de travamento para o envio em bateladas de material de poliéster preaquecido (P) ao recipiente de reação (2').

10 20. Instalação, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 13 a 19, caracterizada pelo fato de que o recipiente de reação (2') é evacuável para um vácuo entre 10 Pa (0,1 mbar) e 1.000 Pa (10 mBar).

15 21. Instalação, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 13 a 19, caracterizada pelo fato de que um meio de transferência de calor (N), preferivelmente um gás inerte ou ar seco, pode ser passado através do recipiente de reação (2).

20 22. Instalação, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes 13 a 21, caracterizado pelo fato de que o recipiente de resfriamento (6, 6') é conectado em um modo estanque a líquido ao separador de material de poliéster (7) e o separador de material de poliéster (7) é conectado em um modo estanque a líquido à máquina de material de processamento de poliéster (8) e à armazenagem intermediária (10).

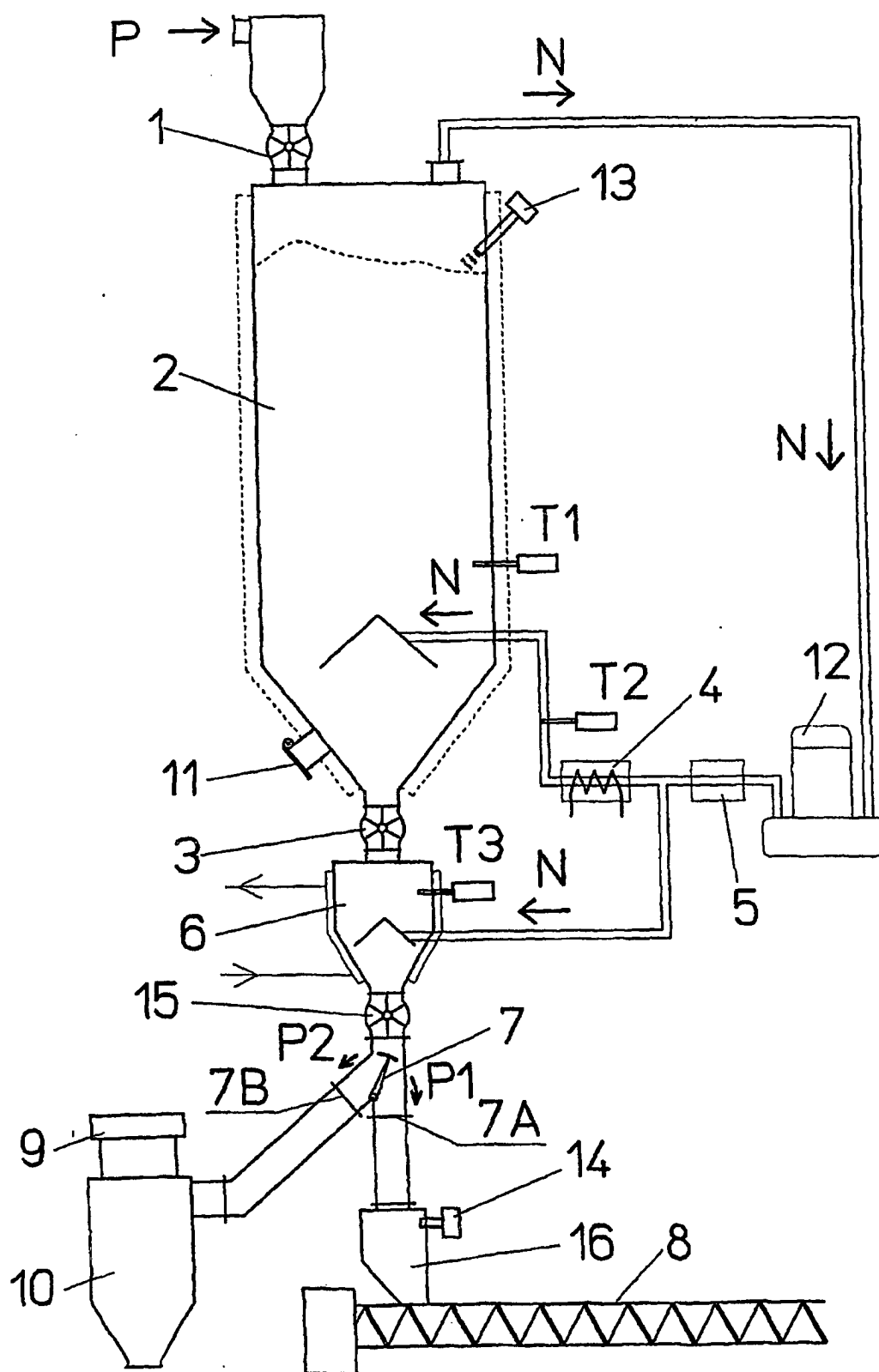


FIG 1

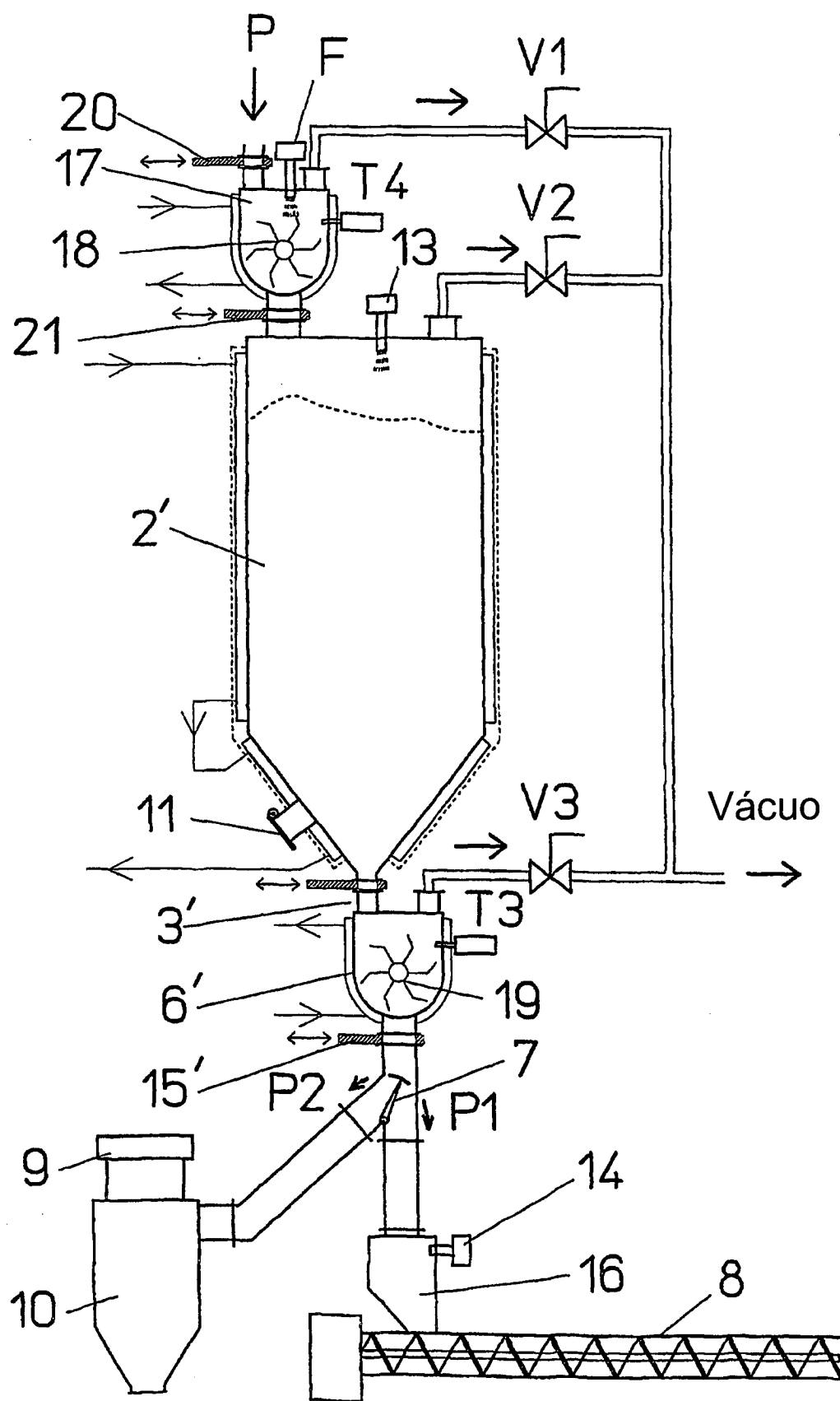


FIG 2

RESUMO

Patente de Invenção: "MÉTODO E INSTALAÇÃO PARA AUMENTAR A VISCOSIDADE INTRÍNSECA DE MATERIAL DE POLIÉSTER POR POLI-CONDENSAÇÃO EM FASE SÓLIDA".

5 A presente invenção refere-se a uma instalação para aumentar a viscosidade intrínseca de um material de poliéster por policondensação em fase sólida (SSP) que compreende um recipiente de reação aquecível (2, 2'), no qual o material de poliéster (P) pode ser deixado residir a uma temperatura de termotratamento predeterminada por um tempo de residência prede-

10 terminado, até que ele tenha atingido uma viscosidade intrínseca desejada, e um recipiente de resfriamento (6, 6') disposto a jusante do recipiente de reação, em que o recipiente de resfriamento (6, 6') é desenhado para resfriar o material de poliéster descarregado do recipiente de reação para uma primeira temperatura de resfriamento que é menor que a temperatura de rea-

15 ção. A jusante do recipiente de resfriamento (6, 6'), um separador de material de poliéster (7) é disposto, o qual é desenhado para desviar o fluxo de material de poliéster para uma máquina de processamento de material de poliéster (8) e/ou para um recipiente de armazenagem intermediária (10).