



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

(11) PI 0514589-9 B1

(22) Data do Depósito: 22/08/2005

(45) Data de Concessão: 31/01/2017



(54) Título: PROCESSO E INSTALAÇÃO PARA PRODUÇÃO DE UM POLIÉSTER DE PESO MOLECULAR ELEVADO

(51) Int.Cl.: C08G 63/00; C08G 63/80; C08G 63/78

(30) Prioridade Unionista: 25/08/2004 DE 102004041370.3

(73) Titular(es): BÜHLER THERMAL PROCESSES AG

(72) Inventor(es): ANDREAS CHRISTEL; CLAUDEMIRO FERREIRA

**PROCESSO E INSTALAÇÃO PARA A PRODUÇÃO DE UM POLIÉSTER DE
PESO MOLECULAR ELEVADO**

[001] A invenção refere-se a um processo para a produção de um poliéster de peso molecular elevado a partir de um pré-polímero de poliéster solidificado através de policondensação em fase sólida, sendo que os produtos de dissociação de policondensação da reação de policondensação em fase sólida são removidos do produto por meio de um gás de processo e em seguida, o gás de processo é depurado dos produtos de dissociação de policondensação e essencialmente reciclado.

[002] A invenção refere-se também a uma instalação para a produção de um poliéster de peso molecular elevado com um aparelho de cristalização e um aparelho de reação.

[003] No estado da técnica são conhecidos processos para a produção de policondensados de peso molecular elevado por meio de um estágio da policondensação em fase sólida.

[004] Usualmente, neste caso, um gás de processo é conduzido pelo menos, parcialmente, em circuito. Com isso, este gás de processo precisa ser submetido pelo menos parcialmente a uma depuração. Tais depurações são conhecidas, por exemplo, da EP 1100611, onde a depuração é efetuada por meio de uma combustão catalítica. A desvantagem que resulta aqui, são as temperaturas de combustão relativamente elevadas, que precisam ser obtidas, para obter uma completa combustão. Isso é especialmente problemático, quando são elaborados poliésteres, que estão carregados de materiais estranhos.

[005] Do mesmo modo, são conhecidas depurações de gás,

onde é utilizada uma lavagem de gás, na qual se utiliza como líquido de lavagem, um líquido orgânico, que a seguir é processado e consumido em um estágio de processo da produção do poliéster situado à frente (estágio de processamento de condensação em fase líquida). Desse modo, por exemplo, utiliza-se etilenoglicol como líquido de lavagem para a produção de tereftalato de polietilenoglicol. A desvantagem deste processo é que o estágio de processamento da condensação em fase líquida e o estágio de processamento da condensação em fase sólida e o estágio de processamento da policondensação em fase sólida têm que ser acoplados uns aos outros.

[006] É objeto da presente invenção, pôr um processo à disposição para a policondensação de poliésteres em fase sólida, que pode ser acionado com melhor eficiência de energia e independente da possibilidade de uso para um líquido de lavagem orgânico.

[007] Esse objeto é resolvido de acordo com a reivindicação 1 e reivindicação 17.

[008] De acordo com a invenção, neste caso a depuração do gás de processo é efetuada por meio de um líquido de lavagem aquoso.

[009] De acordo com a invenção, para a depuração do gás de processo, utiliza-se um lavador de gás, que é acionado com um líquido de lavagem aquoso.

[010] Concretizações vantajosas do processo de acordo com a invenção e da instalação de acordo com a invenção, são descritas nas subreivindicações.

Poliéster

[011] No caso do poliéster trata-se de um poliéster

termoplástico, cristalizável, tal como, por exemplo, tereftalato de polietileno (PET), tereftalato de polibutileno (PBT) e naftalato de polietileno (PEN), que se apresenta ou como homopolímero ou como copolímero e que é obtido através de uma reação de policondensação de seus monômeros, um componente diol e um componente de ácido dicarboxílico, com dissociação de um produto de reação de baixo peso molecular. São utilizados diversos componentes diol, na maioria lineares ou cíclicos. Do mesmo modo, podem ser utilizados diversos componentes de ácido dicarboxílico, na maioria aromáticos. Ao invés do ácido dicarboxílico, também pode ser utilizado seu éster dimetílico correspondente. Nesse caso, a policondensação pode ser efetuada diretamente entre os monômeros ou através de um estágio intermediário, que a seguir é reagido por meio de transesterificação, sendo que a transesterificação pode ser novamente efetuada com dissociação de um produto de reação de baixo peso molecular ou mediante polimerização de abertura de anel. Essencialmente, o poliéster obtido desse modo é linear, podendo se formar um pequeno número de ramificações.

[012] No caso do poliéster pode tratar-se de um material novo, um reciclado ou de um material novo e reciclado.

[013] Aditivos podem ser acrescentados ao poliéster. Como aditivos prestam-se, por exemplo, catalisadores, corantes e pigmentos, bloqueadores de ultravioleta, agentes auxiliares de processamento, estabilizadores, modificadores de resistência ao impacto, agentes de espumação de tipo químico e físico, materiais de enchimento, tais como, por

exemplo, agentes de nucleização, barreiras ou partículas aperfeiçoadoras de características mecânicas, corpos reforçadores, tais como esferas ou fibras, bem como substâncias reativas, tais como, por exemplo, absorvedores de oxigênio, adsorvedores de acetaldeído ou substâncias aumentadoras de peso molecular.

Tereftalato de polietileno

[014] No caso do tereftalato de polietileno trata-se de poliéster termoplástico, cristalizável, que é obtido através de uma reação de policondensação e dissociação dos produtos de reação de baixo peso molecular. Nesse caso, a policondensação pode ser efetuada diretamente entre os monômeros ou através de um estágio intermediário, que em seguida, é reagido por meio de transesterificação, sendo que a transesterificação é novamente efetuada com dissociação de um produto de reação de baixo peso molecular. Essencialmente o poliéster obtido desse modo é linear, podendo formar-se um pequeno número de ramificações.

[015] O tereftalato de polietileno é obtido a partir de seus monômeros, de um componente diol e de um componente de ácido dicarboxílico, sendo que os componentes diol consistem na maior parte de etilenoglicol (1,2 etanodiol) e os componentes de ácido dicarboxílico, na maior parte, de ácido tereftálico. Como comonômeros tomam-se em consideração outros compostos de diol e ácido dicarboxílico cíclicos ou aromáticos, lineares. Comonômeros típicos são dietilenoglicol (DEG), ácido isoftálico (IPA) ou 1,4-bis-hidroximetilciclohexano (CHDM).

Pré-polímero de poliéster

[016] Em um primeiro estágio, os monômeros de poliésteres são polimerizados ou policondensados em fase líquida para formar um pré-polímero. Usualmente, a produção da massa fundida do pré-polímero de poliéster obtida desse modo é efetuada em um processo contínuo.

[017] Nesse caso, efetua-se usualmente em primeiro lugar um estágio de esterificação e depois, um estágio de policondensação de pré-polímero. Ao processo de produção convencional de poliésteres, segue-se um estágio de policondensação no reator de alta viscosidade (também mencionado Finisher). (Compare, por exemplo: *Modern Polyesters*, Wiley Series in Polymer Science, Edited by John Scheirs, J. Wiley & Sons Ltd. 2003; capítulo 4.2). A produção de poliésteres também pode ser efetuada em um processo de mistura (compare, por exemplo: *Modern Polyesters*, Wiley Series in Polymer Science, Edited by John Scheirs, J. Wiley & Sons Ltd, 2003; capítulo 4.1).

[018] Alternativamente, o estágio de policondensação citado acima pode ser suprimido do reator de alta viscosidade. Com isso, forma-se um pré-polímero de poliéster de baixa viscosidade com um grau de polimerização (DP), que se encontra nitidamente abaixo do grau de polimerização do poliéster após tratamento em fase sólida seguinte. Usualmente, o grau de polimerização do pré-polímero de baixa viscosidade encontra-se abaixo de 60 %, especialmente abaixo de 50 % do grau de polimerização do poliéster pós-condensado na fase sólida.

[019] Uma outra alternativa é oferecida pelo emprego de poliésteres já policondensados que se apresentam em sua forma bruta, por exemplo, como aparas de garrafas ou,

através de fusão, em uma forma homogeneizada. Do mesmo modo, um poliéster já policondensado através de fusão e despolimerização, pode ser levado para um nível de viscosidade adequado.

Granulação

[020] A solidificação da massa fundida do pré-polímero de poliéster é usualmente efetuada por meio de granulação, embora também possam ser empregados métodos de solidificação alternativos para a produção de partículas de pré-polímeros sólidas, tais como, por exemplo, sinterização de fios, corte de folhas ou moagem de pedaços resfriados.

[021] Na granulação a massa fundida de pré-polímero é convertida para uma forma definida e solidificada. Com isso, a massa fundida de pré-polímero é comprimida, por exemplo, através de um bocal com uma abertura ou com inúmeras aberturas e cortada ou gotejada.

[022] As aberturas do bocal são usualmente redondas, mas também podem apresentar um outro perfil, tal como, por exemplo, aberturas em forma de ranhura. O corte pode ser efetuado tanto diretamente na saída do bocal ou então, somente depois de atravessar uma via de tratamento.

[023] A massa fundida de pré-polímero é solidificada por meio do resfriamento. Isso pode ser efetuado com auxílio de um meio refrigerante líquido (por exemplo, água, etilenoglicol) ou meio refrigerante gasoso (por exemplo, ar, nitrogênio, vapor de água) ou pelo contato com uma superfície fria, sendo imagináveis também combinações dos meios refrigerantes.

[024] O resfriamento pode realizar-se tanto simultaneamente, quanto também antes ou após a moldagem

para partículas.

[025] Quando há uma massa fundida do pré-polímero de um processo de produção de poliéster convencional, então empregam-se usualmente processos de granulação, tal como granulação por extrusão, granulação com anel aquoso, granulação subaquática ou granulação frontal (também granulação hot face).

[026] Quando há uma massa fundida do pré-polímero de baixa viscosidade, então empregam-se usualmente processos de granulação, tal como gotejamento, granulação com anel aquoso, granulação subaquática ou granulação frontal (também granulação hot face).

[027] O tamanho médio do granulado encontra-se usualmente entre 0,4 mm e 10 mm, preferentemente entre 0,7 mm e 3 mm. Como tamanho médio do granulado vale o valor médio estatístico do diâmetro médio do granulado, que resulta da média da altura, comprimento e largura do granulado.

[028] Os granulados podem apresentar uma forma de granulado definida, tal como, por exemplo, cilíndrica, esférica, em forma de gota, semelhante à esfera ou uma forma de design, tal como é proposta, por exemplo, na EP 0541 674 ou apresentar uma forma de produto granulado irregular, tal como esta se forma em um processo de moagem ou processo de fratura.

[029] Podem ser obtidos granulados sólidos ou granulados porosos, que são obtidos, por exemplo, por meio de sinterização, espumação e similares.

Policondensação em fase sólida

[030] Com o termo policondensação em fase sólida

reúnem-se todos os estágios de processo, que são necessários, para produzir um poliéster de peso molecular elevado a partir do pré-policondensado solidificado em fase sólida. Nestes, incluem-se estágios para o aquecimento, para a cristalização, para a reação e para o resfriamento. Podem ser incluídos outros estágios de tratamento, tal como, por exemplo, o tratamento com aditivos.

[031] Os estágios de processo são efetuados em aparelhos adequados para o estágio. Mas em um aparelho também podem ser realizados vários estágios de processo simultaneamente ou em vários estágios. Do mesmo modo, vários aparelhos podem ser usados para um estágio de processo.

[032] Nesse caso, os aparelhos individuais estão ligados uns com os outros por meio de tubos de descida ou tubos de alimentação. Entre cada um dos aparelhos encontram-se eclusas, tais como, por exemplo, válvulas giratórias ou válvulas duplas alternadas.

[033] De acordo com a invenção, o pré-polímero de poliéster é levado "frio" ao processo, tal como se apresenta, por exemplo, após o armazenamento em um silo, container ou pequena embalagem. Isto é, não é levado para o processo obtendo uma fração essencial do conteúdo térmico de um estágio de processo precedente. O pré-polímero de policondensado é levado para processo com uma temperatura ambiente, portanto, inferior a 40°C, especialmente entre -20 e 25°C.

[034] Durante a policondensação em fase sólida, a temperatura do produto aumenta em pelo menos 160°C, especialmente em pelo menos 180°C, pelo que a temperatura

do produto é elevada para pelo menos 185°C, especialmente para pelo menos 205°C.

[035] Já que a eficiência de energia de um processo pode ser aumentada com crescente capacidade de passagem, são comuns capacidades de passagem entre 100 e 800 toneladas por dia, podendo ocorrer também passagens ainda maiores ou para utilizações especiais, tais como fibras técnicas ou utilizações de reciclagem, também passagens menores na faixa de 10 até 100 toneladas.

[036] Apesar das vantagens de energia, que resultam quando todos os estágios de processo são dispostos uns sobre os outros e o produto é levado por gravitação de um estágio de processo para o próximo, desse modo, particularmente em instalações com altas capacidades de passagem é vantajoso elevar o policondensado para um nível mais alto no decorrer do processo, pelo menos uma vez com um dispositivo de transporte, para limitar a altura de construção da instalação.

Cristalização

[037] A elevação do grau de cristalização dos granulados de pré-polímeros é efetuada pelos processos conhecidos no estado da técnica. Usualmente, a cristalização é efetuada por processo térmico, pelo que se forma um poliéster termicamente parcialmente cristalizado. Também é imaginável, porém, menos adequada, uma cristalização induzida por solventes e cristalização por estiragem mecânica.

[038] A cristalização pode ser realizada em vários estágios, tanto antes, durante, quanto também após o estágio de granulação. Para isso, os granulados de pré-

polímeros têm que ser tratados com uma temperatura de cristalização adequada.

[039] Na cristalização, deve ser obtido pelo menos um grau de cristalização, que permite um tratamento na próxima policondensação em fase sólida, sem que ali ocorram colagens ou formações de grumos.

[040] A faixa de temperatura adequada é evidente, quando o tempo de semivalor de cristalização ($t_{1/2}$) medido na DSC é desenhado como função da temperatura. Ela é limitada para cima e para baixo pela temperatura, na qual o tempo de semivalor de cristalização alcança aproximadamente 10 vezes o tempo de semivalor mínimo de cristalização. Uma vez que tempos de semivalor de cristalização ($t_{1/2}$) muito curtos são apenas dificilmente determináveis, utiliza-se como valor mínimo $t_{1/2} = 1$ minuto.

[041] No tereftalato de polietileno a faixa de temperatura encontra-se entre 100 e 220°C e obtém-se um grau de cristalização de pelo menos 20 %, preferentemente de pelo menos 30 %.

[042] De acordo com a invenção, a temperatura dos granulados de pré-polímeros após o estágio de granulação, encontra-se abaixo da temperatura de cristalização adequada. Desse modo, os granulados de pré-polímeros têm que ser aquecidos. Isso pode ser efetuado, por exemplo, através de uma parede aquecida do reator de cristalização, através de peças intercaladas aquecidas no reator de cristalização, por radiação ou pela insuflação de um gás de processo quente.

[043] O tempo de cristalização adequado resulta do tempo, para aquecer o produto à temperatura de

cristalização, mais pelo menos o tempo de semivalor de cristalização à temperatura dada, sendo incluídos preferentemente 2 - 20 tempos de semivalor ao tempo de aquecimento, para obter uma cristalização satisfatória.

[044] Para evitar uma colagem dos granulados de pré-polímeros cristalizados, esses deverão ser mantidos relativamente uns aos outros em movimento. Isso pode ser efetuado, por exemplo, pela utilização de um agitador, de um recipiente móvel ou com ação de um gás de fluidização.

[045] Reatores de cristalização particularmente adequados são cristalizadores de leito fixo ou de leito fluidizado.

[046] Simultaneamente com a elevação do grau de cristalização, removem-se também os possíveis resíduos de um líquido do processo de granulação.

[047] Se no processo de cristalização um gás de processo é usado em circuito, então é preciso acrescentar-lhe bastante gás fresco ou gás de processo depurado, para impedir um enriquecimento excessivo do líquido. Os gases de processo utilizados para a policondensação em fase sólida também podem ser usados no estágio de cristalização, sendo que nos diversos estágios de processo também podem ser usados diferentes gases de processo.

[048] De acordo com uma execução da presente invenção, o policondensado é previamente aquecido para a cristalização, o que é efetuado usando uma corrente de gás de processo, do estágio no próximo decurso da policondensação em fase sólida.

[049] Para esse fim, presta-se particularmente uma corrente de gás de processo de um estágio para o

resfriamento do policondensado. Prefere-se especialmente uma corrente de gás de processo de um estágio, que se realiza com ar.

[050] O aquecimento do policondensado deve ser efetuado a uma temperatura T_v , que perfaz mais de 50°C , especialmente mais de 75°C , sendo que T_v preferentemente, se encontra na faixa $T_g - 30^{\circ}\text{C}$ até $T_g + 30^{\circ}\text{C}$, especialmente na faixa T_g até $T_g + 20^{\circ}\text{C}$, sendo que T_g designa a temperatura de transição vítrea do policondensado.

[051] O aquecimento pode ser efetuado em um reator desejado. Prefere-se um aparelho, no qual o produto é movimentado, tal como, por exemplo, um reator agitado ou móvel, uma unidade de leito fixo ou de leito fluidizado.

[052] De modo particular, prefere-se um aparelho, que pode ser acionado com diferentes quantidades de passagem de gás e com uma proporção $\text{mg/mp} > 2$, pela qual pode ser efetuada uma regulação da temperatura de saída de produto do estágio de aquecimento, também no caso de oscilações da temperatura da corrente de gás de processo, de um estágio no decurso posterior de policondensação em fase sólida, através da quantidade de fluxo de gás.

[053] O aquecimento é preferentemente efetuado com um tempo de permanência médio dentro de poucos minutos até no máximo uma hora, mas também pode ser efetuado em um reservatório com tempo de permanência mais longo, quando a T_v não ultrapassa mais do que uma hora, especialmente 20 minutos.

[054] Simultaneamente com o aquecimento do policondensado, realiza-se uma secagem do poliéster, caso este ainda seja adicionado com umidade ou com uma outra

substância volátil.

[055] Isso permite uma redução das substâncias voláteis em estágios de processo seguintes, pelo que o grau de impurezas das respectivas correntes de gás de processo diminui e desse modo, permite uma redução da quantidade de gás, que precisa ser depurada. Em especial, realiza-se uma secagem de um policondensado úmido da granulação. Para isso, a quantidade de gás de processo e a temperatura são selecionadas de modo tal, que a secagem do policondensado para um teor de umidade se realiza entre 50 ppm de água e 2000 ppm de água, especialmente entre 200 ppm de água e 1000 ppm de água.

Reação de policondensação em fase sólida

[056] O peso molecular dos granulados de poliéster é levada para um grau de polimerização mais elevado através de uma reação de policondensação em fase sólida com dissociação de produtos de dissociação de policondensação.

[057] Se em uma massa fundida de pré-polímeros de um processo de produção convencional há um granulado, então o grau de polimerização é usualmente aumentado entre 10 % e 70 %, preferindo-se um aumento em torno de pelo menos 0,10 dl/g.

[058] Se em uma massa fundida de pré-polímeros de baixa viscosidade há um granulado, então o grau de polimerização é aumentado em pelo menos 1,5 vezes, especialmente em pelo menos duas vezes o do pré-polímero.

[059] A reação de policondensação em fase sólida é efetuada pelos processos conhecidos no estado da técnica e realiza-se pelo menos durante o estágio do aquecimento a uma temperatura de pós-condensação adequada e durante o

estágio da reação de pós-condensação. Neste caso, utilizam-se essencialmente processos contínuos, que se realizam, por exemplo, em aparelhos com reatores de leito fixo, leito agitado ou de leito fluidizado, bem como em reatores com ferramentas de agitação ou reatores que se movimentam por si só, tais como fornos tubulares rotativos. A reação de policondensação em fase sólida pode realizar-se tanto a pressão normal, a pressão elevada ou com vácuo.

[060] De acordo com a invenção, os produtos de dissociação de policondensação da reação de policondensação em fase sólida são removidos por meio de um gás de processo (gás de arraste, carrier gas). Em processos contínuos com gás de processo, o gás de processo, neste caso, circula ao redor do policondensado em corrente contínua, contracorrente ou corrente cruzada. A quantidade de gás de arraste tem que ser suficiente, para descarregar os produtos de reação difundidos na superfície das partículas e possíveis contaminações, tais como, por exemplo, compostos de carbonila do processo de produção ou impurezas de um uso anterior, do estágio de reação.

[061] Se o estágio de aquecimento é efetuado pela ação de um gás de processo, então utiliza-se uma grande quantidade específica de gás ($\text{mg/mp} = 2$ até 20 , especialmente 5 até 13), através da qual a temperatura do produto se aproximadamente essencialmente à temperatura do gás.

[062] Se o estágio é efetuado por outras entradas de energia, tal como, por exemplo, através de uma superfície aquecida ou através de uma radiação, então apesar disso, ainda é vantajoso que um gás de processo circule no produto

ou que se utilize vácuo.

[063] O estágio de reação da pós-condensação pode ser efetuado com pequena quantidade específica de gás ($mg/mp = 0,1 - 1,5$, especialmente $0,3 - 1,0$), pelo que a temperatura do gás se aproxima essencialmente à temperatura do produto, o que possibilita levar gás de processo para o processo com uma temperatura, que se encontra abaixo da temperatura de pós-condensação.

[064] Com isso, mp é a soma da massa de todas as correntes de produto levadas para o processo e mg é a soma da massa de todas as correntes gasosas levadas para o processo.

[065] A circulação dos gases de processo é obtida através de compressores de gás, tais como, por exemplo, ventiladores, ventoinhas ou compressores.

[066] Como gás de processo tomam-se em consideração ar ou gases inertes, tal como, por exemplo, nitrogênio ou CO_2 , bem como misturas de gases de processo. Preferentemente, os gases inertes devem conter menos do que 100 ppm, especialmente menos do que 10 ppm de oxigênio, sendo imagináveis também maiores quantidades de oxigênio, quando a temperatura de tratamento no processo é suficientemente baixa ou há a possibilidade, por exemplo, de remover oxigênio do processo por meio de uma combustão. Os gases de processo podem conter aditivos, que ou agem de modo reativo sobre o produto a ser tratado ou se depositam passivamente sobre o produto a ser tratado.

[067] De acordo com a invenção, o gás de processo é conduzido pelo menos parcialmente em circuito.

[068] Para evitar um prejuízo à reação de

policondensação, o gás de processo é depurado de produtos indesejáveis, especialmente produtos de dissociação das reações de policondensação. Nesse caso, os produtos de dissociação, tal como água, etilenoglicol, metildioxolano ou aldeídos (por exemplo, acetaldeído) devem ser reduzidos para valores inferiores a 100 ppm, especialmente para valores inferiores a 10 ppm. Para a obtenção de um equilíbrio, pode ser necessário deixar uma quantidade residual de produtos de reação no gás de processo. Simultaneamente, na depuração também são removidos outros produtos indesejáveis, tais como, por exemplo, impurezas, que passam do poliéster para o gás de processo.

[069] De acordo com a invenção, a depuração é efetuada por sistemas de lavagem de gás conhecidos no estado da técnica, sendo que podem ser usados outros estágios de purificação, tais como, por exemplo, filtros, dispositivo antinévoa (separador de gotas), sistemas de adsorção ou comportas de resfriamento. O sistema de lavagem de gás é acionado com um líquido de lavagem aquoso, podendo ser acrescentadas outras substâncias à água, tais como, por exemplo, agentes tenso-ativos, agentes de neutralização ou solventes. O sistema de lavagem pode ser acionado com um ou mais estágios com um líquido de lavagem comum ou com diferentes. Neste caso, o gás pode fluir em corrente contínua ou contracorrente em direção ao líquido de lavagem. Com isso, o líquido de lavagem só pode ser usado uma vez em um sistema aberto ou ser conduzido em um sistema semi-aberto ou fechado em um circuito ou em vários circuitos, independentes ou acoplados. Para melhorar a troca entre gás e líquido de lavagem, podem ser usadas

embalagens, tais como são suficientemente conhecidas do estado da técnica. Preferentemente, os líquidos de lavagem são conduzidos pelo menos parcialmente em circuito. No circuito podem ser usados outros componentes, tais como bombas, filtros, recipientes de transbordamento ou refrigeradores.

[070] O sistema de lavagem pode ser conectado a jusante a um sistema para separar gotículas arrastadas juntas (névoas), tal como, por exemplo, um dispositivo antinévoa (separador de gotas).

[071] Para diminuir ainda mais o ponto de orvalho do gás de processo que sai do processo de lavagem, pode ser usado um secador, tal como, por exemplo, um secador de adsorção.

[072] É vantajoso, resfriar o gás de processo antes da entrada em um secador de adsorção, para uma temperatura inferior a 15 °C, especialmente inferior a 10 °C. Isso pode ser efetuado ou através do uso de líquidos de lavagem resfriados ou por uma instalação de resfriamento separada, tal como, por exemplo, uma comporta de resfriamento.

[073] No secador de adsorção, a água e eventuais componentes orgânicos voláteis, que não foram dissolvidos pelo líquido de lavagem, tal como, por exemplo, acetaldeído ou formaldeído, são adsorvidos. Preferentemente, seleciona-se uma execução paralela de leitos de adsorção, de modo que um leito pode ser regenerado, enquanto o outro está em uso. Na regeneração a água e os componentes orgânicos são novamente dessorbidos, o que é efetuado, por exemplo, por meio de um gás de regeneração. A regeneração pode ser efetuada ou em um circuito aberto, mediante sopro do gás de

regeneração ou em um circuito fechado. Uma combinação também é imaginável. Quando se utiliza um circuito de regeneração fechado, então as substâncias dessorbidas têm que ser removidas do circuito. Isso ocorre principalmente para água através de condensação. Do mesmo modo, os componentes orgânicos condensam ou em suficiente extensão ou eles precisam removidos separadamente, o que pode ser efetuado, por exemplo, através de uma combustão ou em um sistema combinado, por meio de sopro do gás de regeneração.

[074] Para a remoção do oxigênio pode estar previsto um dispositivo de combustão, tal como, por exemplo, um dispositivo de combustão catalítico, no qual o oxigênio é queimado junto com uma quantidade de substâncias combustíveis dosada controladamente.

[075] Uma concretização particular da presente invenção, prevê que o líquido de lavagem seja usado, em seguida, em um estágio de processo para a preparação dos poliésteres usados, tal como, por exemplo, aparas de garrafas de poliéster.

[076] A temperatura de pós-condensação adequada encontra-se em uma faixa de temperatura de 185 °C até 240 °C, sendo preferidas temperaturas entre 190 e 220 °C.

[077] O tempo de pós-condensação adequado encontra-se na faixa de 2 - 100 horas, sendo que por motivos econômicos, preferem-se tempos de permanência de 6 - 30 horas.

[078] Opcionalmente, o estágio para a cristalização e o estágio do aquecimento podem ser efetuados a uma temperatura de pós-condensação adequada ou pelo menos, no mesmo reator, sendo que o reator usado para este fim pode

ser separado em várias câmaras de processo, nas quais podem predominar diferentes condições de processo (por exemplo, temperatura ou tempo de permanência).

Entrada de energia específica

[079] A entrada de energia específica é a soma de toda a energia térmica e mecânica, que é levada para o processo em relação à quantidade de produto elaborada. Como limites do processo valem a entrada do produto no processo, antes do primeiro estágio de tratamento, até a saída de produto do processo, após o último estágio de tratamento, sendo que o produto entra no processo com temperatura ambiente, isto é, no máximo 40 °C, usualmente 0 até 25 °C. Desse modo, um eventual estágio para o pré-aquecimento do produto é componente do processo. No processo incluem-se todos os estágios de processo, nos quais o produto é tratado. Além disso, incluem-se no processo todas as correntes gasosas ou correntes de líquido, que são usadas na entrada direta ou indireta de energia no produto.

[080] Desse modo, incluem-se no processo os estágios de processo, nos quais o produto é aquecido, cristalizado, agitado, tratado com gás de arraste ou com vácuo, resfriado, movimentado, misturado ou transportado.

[081] Desse modo, a energia que é necessária, para aquecer a superfície, é incluída a um estágio de processo, no qual o produto é aquecido por uma superfície quente. Caso a superfície seja aquecida por meio de um fluido, tomam-se em consideração as entradas de energia para a circulação do fluido, como também para o aquecimento do fluido.

[082] Desse modo, a energia, que é necessária, para

produzir a radiação, tal como, por exemplo, radiação de microondas ou radiação de infravermelho, é incluída a um estágio de processo, no qual o produto é tratado por uma radiação.

[083] Desse modo, a energia, com a qual o produto é movimentado, tal como, por exemplo, acionamentos para agitadores, eclusas ou transportadores de parafusos sem fim ou acionamentos para movimentar um aparelho de tratamento ou uma parte de um aparelho de tratamento, tal como, por exemplo, forno tubular rotativo ou peneiras vibratórias, é incluída a um estágio de processo, no qual o produto é movimentado.

[084] Do mesmo modo, consideram-se entradas de energia para a circulação e eventual aquecimento de um fluido, com cujo auxílio o produto é movimentado, tal como, por exemplo, gases de processo, que são empregados em aparelhos de leito fixo ou leito agitado ou em instalações de transporte pneumáticas.

[085] Desse modo, os portadores de energia, que são necessários para circular o líquido e, caso necessário, para aquecê-lo, são incluídos a um estágio de processo, no qual o produto é tratado por um fluido, tal como por exemplo, um gás de processo. Se o fluido é conduzido em circuito, ou pelo menos parcialmente conduzido em circuito, tomam-se em consideração entradas de energia, que são necessárias para a depuração do fluido.

[086] Entradas de energia, que são necessárias para a depuração do líquido, contêm entradas de energia, que são necessárias, por exemplo, para circular um líquido de lavagem, para regenerar um dispositivo de adsorção ou para

acionar uma combustão.

[087] Não se consideram entradas de energia para a produção e circulação dos portadores de energia (= utilities), quando estes não são diretamente distribuídas no produto.

[088] Como portadores de energia são válidos: corrente elétrica, água de refrigeração, ar comprimido, portadores térmicos, tais como vapor ou óleos de portadores térmicos ou gases de processo, tais como nitrogênio, CO₂ ou misturas gasosas especiais.

[089] Não são consideradas, por exemplo:

- entradas de energia para a circulação de água de refrigeração ou água gelada, com as quais uma corrente de gás é indiretamente resfriada.
- Entradas de energia para a produção de água de refrigeração ou água gelada.
- Entradas de energia para a produção de ar comprimido ou para regular o processo.
- Entradas de energia para a produção de nitrogênio ou outros gases de processo.
- Entradas de energia para a circulação de portadores térmicos, com os quais uma corrente de gás de processo é indiretamente aquecida.
- Entradas de energia para a produção ou distribuição de corrente elétrica.

[090] Além disso, não são consideradas entradas de energia para a elaboração de correntes de águas residuais ou líquidos de lavagem.

Processo

[091] A execução de acordo com a figura 1 prevê, que

um pré-polímero de policondensado essencialmente amorfo é levado continuamente para um dispositivo de aquecimento e cristalização (1) e depois é transportado para um espaço de reação (2).

[092] O tratamento no dispositivo de cristalização é efetuado por meio de um gás de processo conduzido pelo menos parcialmente em circuito, que é aquecido por meio de um aquecedor (H). Gás de arraste, o qual percorre o policondensado no espaço de reação, é levado para o gás de processo do circuito de cristalização como gás de permuta. Com isso, uma quantidade de gás de processo tem que ser removida do circuito de cristalização, que em seguida, precisa ser depurado.

[093] Para a depuração, o gás de processo contaminado é conduzido por um lavador de gás (3) com água como líquido de lavagem, em seguida, é secado em um secador (4) e reconduzido para o reator sem aquecimento essencial.

[094] Uma variante prevê, que o gás de processo do reator e uma parte do gás de processo do circuito de cristalização são misturados uns com os outros. Uma parte do gás de processo misturado é depurado, secado e reconduzido para o reator.

[095] Uma outra parte do gás de processo misturado é reconduzido ao circuito de cristalização ou diretamente ou após a passagem do lavador.

[096] Opcionalmente, são efetuados outros estágios de depuração, por exemplo, através do uso de ciclones ou filtros.

[097] O líquido de lavagem é resfriado em dois sistemas fechados por meio de resfriadores (C1, C2) e

conduzidos em circuito. O vertedouro de líquido de lavagem contaminado pode ser usado, de acordo com uma execução preferida da invenção, em um estágio de processo para elaborar os resíduos da policondensação, tais como, por exemplo, aparas de garrafas PET. Caso necessário, pode ser efetuado um ajuste do pH do líquido de lavagem, tal como, por exemplo, uma neutralização. O líquido de lavagem pode ser acrescido de outros aditivos, tais como, por exemplo, agentes tenso-ativos.

[098] Como gás de processo utiliza-se um gás inerte. O gás inerte é acrescentado em medida suficiente, para igualar perdas, que ocorrem através da linha de alimentação de material para a área de gás inerte e a linha de alimentação de material da área de gás inerte, bem como outros pontos de perda eventuais. Para minimizar a perda de gás inerte, a alimentação de material e a remoção de material são efetuados por meio de uma eclusa, especialmente por meio de uma eclusa de roda celular.

[099] Opcionalmente, também entre os aparelhos dentro da área de gás inerte ou fora da área de gás inerte podem estar dispostas eclusas.

[0100] Para o ótimo aproveitamento de espaço e energia, o estágio de cristalização pode ser efetuado através do estágio de reação, para possibilitar uma transferência de produto por meio de gravitação.

[0101] Uma outra opção prevê, que o policondensado seja transferido por meio de um dispositivo de transporte, tal como, por exemplo, por um transporte pneumático.

[0102] Em seguida ao estágio de reação, pode ser opcionalmente efetuado um estágio de resfriamento (5),

preferentemente, com ar. Gás de processo do estágio de resfriamento pode ser usado em um estágio de aquecimento (6) também opcional, que se realiza antes do estágio de cristalização.

[0103] Através de válvulas eventualmente utilizadas, a quantidade de gás de processo pode ser ajustada ou regulada para o estágio de aquecimento.

[0104] Outras vantagens, características e possibilidades de aplicação da invenção, resultam dos exemplos de acordo com a invenção, entendidos como não sendo limitadores do seguinte relatório descritivo, com base no desenho.

Exemplo 1

[0105] Um tereftalato de polietileno regranulado com uma temperatura de entrada de 10 °C é levado para um processo de acordo com a figura 1, constando dos aparelhos 1, 2, 3, 4, 5, 6, H, C1 e C2. A capacidade de passagem importa em 1 tonelada por hora.

[0106] O produto é aquecido no cristalizador 1 para 192 °C e a cristalinidade é aumentada em 35 %.

[0107] No reator 2, a viscosidade intrínseca é elevada de 0,72 para 0,84.

[0108] No circuito para o cristalizador 1 circulam 9 toneladas por hora de nitrogênio, que é continuamente aquecido para 202 °C.

[0109] 0,6 tonelada por hora de nitrogênio depurado é levado para o reator 2, que é continuamente aquecido a 50°C.

[0110] O resfriamento é efetuado com 2,5 toneladas por hora de ar.

[0111] A depuração do nitrogênio é efetuada através de um lavador de gás de 2 estágios e um secador de adsorção, que é regenerado com gás de processo aquecido.

[0112] No lavador de gás circulam 5 toneladas por hora, respectivamente, 1 tonelada por hora de líquido de lavagem.

[0113] Antes do cristalizador 1, antes do reator 2 e após o reator 2 utiliza-se em cada caso uma eclusa (não mostrada).

[0114] Ao todo, conduzem-se ao processo 44 kWh de energia para motores e 72 kWh de energia para o aquecedor, o que corresponde a um consumo total de 116 kWh/tonelada.

[0115] Neste caso, são incluídas perdas de calor dos aparelhos, bem como alimentações de produto e processo. Todos os aparelhos são isolados, para manter sua temperatura superficial abaixo de 50 °C.

Exemplo 2

[0116] Neste exemplo, a instalação do exemplo 1 é alargada para um transporte de produto entre o cristalizador 1 e o reator 2. Desse modo, são gastos adicionalmente 6 kWh para a energia de transporte e a compensação de perdas de calor através da via de transporte, o que corresponde a um consumo total de 122 kWh/tonelada.

Exemplo 3

[0117] Neste exemplo, a instalação do exemplo 2 é acionada de modo tal, que o produto no cristalizador 1 é aquecido a 210 °C, pelo que a viscosidade intrínseca aumenta para além de 0,9. Com isso, são gastos adicionalmente 13 kWh para a capacidade de aquecimento, o que corresponde a um consumo total de 135 kWh.

Exemplo 4

[0118] Neste exemplo, a instalação do exemplo 1 é complementada em um aparelho de aquecimento 6 antes do cristalizador 1, através do qual fluem 100 % do ar do resfriador, o que leva a um aumento da temperatura do produto na entrada do cristalizador 1 para 60 °C. Com isso, a energia para motores aumenta para 47 kWh e a energia para aquecedores diminui para 54 kWh, o que corresponde a um gasto total de 101 kWh/tonelada.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a produção de um poliéster de peso molecular elevado de um pré-polímero de poliéster solidificado através de policondensação em fase sólida, em que os produtos de dissociação de policondensação da reação de policondensação em fase sólida são removidos do produto por meio de um gás de processo e o gás de processo é subsequentemente depurado dos produtos de dissociação de policondensação e essencialmente reciclado, caracterizado pelo fato de que a depuração do gás de processo é efetuada por meio de um líquido de lavagem aquoso.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a entrada de energia específica com uma capacidade de passagem entre 10 e 60 toneladas por dia, perfaz menos do que 145 kWh/t, especialmente menos do que 130 kWh/t ou que a entrada de energia específica com uma capacidade de passagem maior do que 60 toneladas por dia perfaz menos do que 140 kWh/t, especialmente menos do que 125 kWh/t.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado por pelo menos uma das seguintes características:

- o processo é efetuado continuamente;
- o pré-polímero de poliéster é levado ao processo com uma temperatura ambiente, isto é, abaixo de 40 °C, especialmente entre 0 e 25 °C;
- o pré-polímero de poliéster é levado ao processo em um estado essencialmente amorfo, mais preferencialmente abaixo de 10 % de cristalinidade;
- a cristalinidade é aumentada em pelo menos 20%,

especialmente em pelo menos 30%;

- a temperatura do produto é aumentada para pelo menos 185 °C, especialmente para pelo menos 205 °C;
- a temperatura do produto é aumentada em pelo menos 160 °C, especialmente em pelo menos 180 °C;
- o policondensado é aumentado a um nível mais elevado pelo menos uma vez durante o processo por meio de um dispositivo de transporte;
- o gás de processo é um gás inerte, tal como por exemplo, nitrogênio ou CO₂;
- o gás de processo depurado com um líquido de lavagem aquoso é subsequentemente secado.

4. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o poliéster pode ser um tereftalato de polietileno (PET), tereftalato de polibutileno (PBT) e naftalato de polietileno (PEN) ou um de seus copolímeros, especialmente um tereftalato de polietileno ou um de seus copolímeros, e que o poliéster está presente ou como um material novo, material reciclado ou mistura.

5. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que a quantidade de gás de processo que é depurado é de entre 0,1 e 1,5, especialmente entre 0,3 e 1,0, em relação à quantidade de produto.

6. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, com pelo menos um estágio para a cristalização e pelo menos um estágio para a reação de policondensação em fase sólida (reação SSP), caracterizado pelo fato de que cada estágio apresenta uma corrente de gás

de processo distribuída.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que as correntes de gás de processo estão ligadas umas com as outras, e que o gás de processo é depurado de substâncias voláteis que passam do produto para o gás de processo no sistema de circulação de cristalização.

8. Processo, de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que estágios adicionais estão envolvidos para aquecimento do produto, secagem do produto, cristalização, reação SSP ou resfriamento do produto.

9. Processo para a produção de um poliéster de peso molecular elevado de um pré-polímero de poliéster solidificado através de policondensação em fase sólida, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, com pelo menos um estágio para o aquecimento do poliéster, seguido de pelo menos um estágio para a cristalização, pelo menos um estágio para a reação de policondensação em fase sólida e pelo menos um estágio para o resfriamento, em que pelo menos um estágio para o aquecimento e um outro estágio são acompanhados pela exposição a um gás de processo, caracterizado pelo fato de que pelo menos uma parte do gás de processo desse outro estágio é utilizado para aquecer o poliéster no estágio de aquecimento antes da cristalização.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que o gás de processo de um estágio de resfriamento é utilizado para aquecer o poliéster no estágio do aquecimento antes da cristalização.

11. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que um

primeiro estágio de cristalização é precedido por um estágio para o aquecimento do poliéster a uma temperatura T_v , sendo que T_v é maior do que $50\text{ }^\circ\text{C}$, especialmente maior do que $75\text{ }^\circ\text{C}$.

12. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que T_v varia de T_g de $-30\text{ }^\circ\text{C}$ até T_g de $+30\text{ }^\circ\text{C}$, especialmente de T_g até $T_g +20\text{ }^\circ\text{C}$, em que T_g designa a temperatura de transição vítrea do poliéster como medida na DSC.

13. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que o estágio para o aquecimento ocorre em um reator de leito fixo ou reator de leito fluidizado.

14. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que o estágio de aquecimento é acompanhado de uma secagem do policondensado para um teor de umidade entre 50 ppm de água e 2000 ppm de água, especialmente entre 200 ppm de água e 1000 ppm de água.

15. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado pelo fato de que o líquido de lavagem é subsequentemente utilizado em um estágio de processo para a preparação de poliésteres usados, tal como, aparas de garrafas de poliéster.

16. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 9 a 15, caracterizado pelo fato de que a entrada de energia específica é de menos do que 120 kWh/t , especialmente entre 80 e 110 kWh/t .

17. Instalação para a produção de um poliéster de peso molecular elevado, com pelo menos um aparelho de

cristalização (1) e um aparelho de reação (2), que apresentam cada um aberturas de entrada de produto (1a, 2a) e aberturas de saída de produto (1b, 2b), junto com aberturas de entrada de gás (1c, 2c) e aberturas de saída de gás (1d, 2d), caracterizada pelo fato de que uma abertura de saída de gás (2d) do aparelho de reação (2) está direta ou indiretamente ligada com uma abertura de entrada de gás (3c) em um sistema de depuração de gás (3), e uma abertura de saída de gás (3d) de um sistema de depuração de gás (3) é ligado com uma abertura de entrada de gás (2c) do aparelho de reação (2), e o sistema de depuração de gás (3) apresenta um aparelho de lavagem de gás, que recebe um líquido de lavagem aquoso, bem como um aparelho de secagem de gás conectado a jusante (4).

18. Instalação para a produção de um poliéster de peso molecular elevado, de acordo com a reivindicação 17, caracterizada pelo fato de que a referida abertura de saída de gás (2d) do aparelho de reação (2) está direta ou indiretamente ligada com uma abertura de entrada de gás (1c) do aparelho de cristalização (1), e que uma abertura de saída de gás (1d) do aparelho de cristalização (1) está direta ou indiretamente ligada com a referida abertura de entrada de gás (3c) no referido sistema de depuração de gás (3).

19. Instalação, de acordo com a reivindicação 17 ou 18, com pelo menos um aparelho de aquecimento (6), seguido de um aparelho de cristalização (1), um aparelho de reação (2) e um aparelho de resfriamento (5), em que o aparelho de resfriamento (5) e o aparelho de aquecimento (6) apresentam cada um aberturas de entrada de produto (5a, 6a) e

aberturas de saída de produto (5b, 6b), bem como aberturas de entrada de gás (5c, 6c) e aberturas de saída de gás (5d, 6d), caracterizada pelo fato de que uma abertura de saída de gás (5d) do aparelho de resfriamento (5) está ligada com uma abertura de entrada de gás (6c) do aparelho de aquecimento (6).

20. Instalação, de acordo com qualquer uma das reivindicações 17 a 19, caracterizada pelo fato de ser para a implementação do processo como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 16.

Fig. 1

