



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0023534

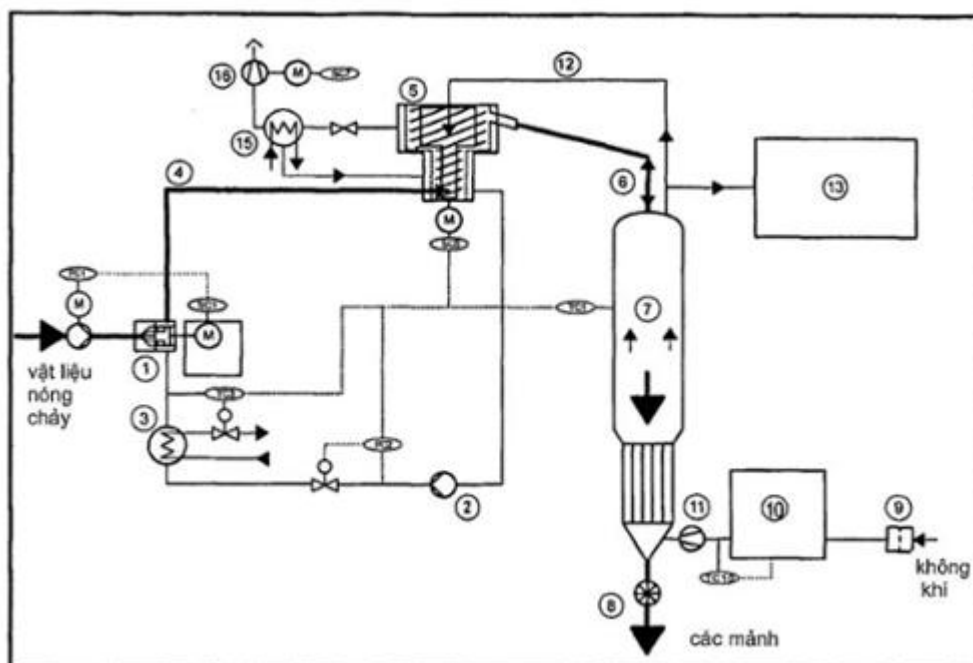
(51)⁷

B29B 9/16; C08G 63/88; B29B 67/00; (13) B
B29B 9/06

- (21) 1-2013-01240 (22) 18/02/2011
(86) PCT/EP2011/000798 18/02/2011 (87) WO2012/041406 05/04/2012
(30) 61/387,036 28/09/2010 US; 10011282.0 28/09/2010 EP
(45) 27/04/2020 385 (43) 25/09/2013 306A
(73) UHDE INVENTA-FISCHER GMBH (DE)
Holzhauser Str. 157-159, 13509 Berlin - Germany
(72) HANIMANN, Kurt (CH); SCHALLER, Rainer (DE); SCHULZ VAN ENDERT,
Eike (DE)
(74) Công ty TNHH Sở hữu trí tuệ Thảo Thọ Quyển (INVENCO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP LÀM TĂNG TRỌNG LƯỢNG PHÂN TỬ CÁC HẠT
POLYESTE BẰNG CÁCH SỬ DỤNG NHIỆT DƯ

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp làm tăng trọng lượng phân tử trong quá trình xử lý nhiệt polyeste kết hợp với việc tạo hạt ẩn nhiệt. Với phương pháp mới phát triển này, SSP (sự ngưng tụ sau thể rắn) có thể được kết hợp trực tiếp với sự tạo hạt trong nước. Phương pháp này khác với sự ngưng tụ sau thể rắn thông thường bởi sự gia tăng trọng lượng phân tử là có thể thực hiện mà không cần đưa vào nhiệt bổ sung và vì vậy chỉ bằng cách sử dụng nhiệt dư và nhiệt kết tinh hiện có. Yếu tố khác biệt là sự tách nước và loại ẩm được cải thiện trong quá trình tạo hạt. Theo cách này sự tăng độ nhớt có thể thực hiện được ngay cả với hạt nhỏ có trọng lượng trung bình nhỏ hơn 20 mg.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp làm tăng trọng lượng phân tử trong quá trình xử lý nhiệt polyeste kết hợp với việc tạo hạt ẩn nhiệt. Với phương pháp mới phát triển này, sự ngưng tụ sau thể rắn (Solid State Postcondensation - SSP) có thể được kết hợp trực tiếp với việc tạo hạt trong nước. Phương pháp này khác với phương pháp ngưng tụ sau thể rắn thông thường bởi sự tăng trọng lượng phân tử có thể được thực hiện mà không có sự đưa vào nhiệt bổ sung và vì vậy chỉ bằng cách sử dụng nhiệt dư và nhiệt kết tinh hiện có. Yếu tố khác biệt là sự tách nước và loại ẩm cải thiện trong quá trình tạo hạt. Theo cách này thì sự tăng độ nhớt có thể ngay cả với hạt nhỏ có trọng lượng hạt trung bình nhỏ hơn 20 mg.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Cho đến nay các hệ thống ngưng tụ sau thể rắn dùng cho polyeste mà sau khi tách nước trong bước tạo hạt, sấy lại và kết tinh với sự cấp nhiệt được đề xuất để đạt được nhiệt độ phản ứng cần thiết và ngăn chặn sự thoái biến bằng cách thủy phân.

Polyeste thường được tạo ra trong chân không trong giai đoạn nóng chảy ở nhiệt độ cuối nằm trong khoảng từ 275 đến 300°C. Sản phẩm được sử dụng trực tiếp dưới dạng nóng chảy hoặc được xử lý để tạo hạt và bởi vậy được làm cho có thể sử dụng để xử lý tiếp bằng thiết bị ép đùn nóng chảy. Theo ứng dụng này có các yêu cầu chất lượng khác nhau, trên hết là về độ nhớt bên trong.

Đối với việc xử lý tiếp để tạo ra các chai, màng hoặc sợi công nghiệp, cần có độ bền cao hơn so với trong ngành sợi tổng hợp. Sự gia tăng thêm độ nhớt mong muốn có thể đạt được trong bước đa ngưng tụ kéo dài, so với mức thông thường trong trường hợp nguyên liệu sợi thô, trong chính giai đoạn nóng chảy hoặc trong quá trình ngưng tụ sau thể rắn. Trong trường hợp ngưng tụ sau thể rắn, hạt lại được sấy lại và gia nhiệt và tiếp đó được đa ngưng tụ trong chân không hoặc trong dòng khí ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 đến 225°C. Chân không hoặc dòng khí được yêu cầu cho quá trình diễn ra phản ứng để xả các sản phẩm phụ thu được (etylen glycol, nước và cả các chất hữu cơ dễ bay hơi khác).

Trong US 4064112, hư hại do nhiệt xuất hiện sớm trong quá trình ngưng tụ nóng chảy ở độ nhớt bên trong lớn hơn 0,7 được mô tả. Ngày nay, phương pháp ngưng tụ sau thể rắn thông thường trong dòng khí trơ trong lò phản ứng ở nhiệt độ khoảng 220°C được mô tả. Cũng được mô tả cách thức để phân nước dư còn lại từ bước tạo hạt hoặc nước bị hấp thụ bởi polyeste do hút ẩm phải được loại bỏ. Với mục đích này, bộ phận sấy được lắp đặt trước bước ngưng tụ sau thể rắn. Hơn nữa, tài liệu này cũng mô tả cách thức để sự dính kết xuất hiện trong quá trình gia nhiệt phải được tránh bằng cách di chuyển trong quá trình kết tinh. US 4064112 cũng đề cập đến việc loại bỏ các sản phẩm phụ dễ bay hơi trong quá trình ngưng tụ sau thể rắn (quá trình loại aldehyt).

Sự kết tinh ẩn nhiệt được mô tả trong EP 1608696. Theo phương pháp này, hạt chỉ được làm nguội đến mức sao cho, sau khi loại bỏ nước làm nguội bằng thiết bị ly tâm có khuấy, nhiệt bên trong còn lại trong hạt có thể được sử dụng trực tiếp để kết tinh. Mục đích là để tránh sự dính kết bằng rãnh rung phía sau thiết bị ly tâm có khuấy. Phương pháp này dùng để đạt được mức kết tinh cần thiết cho xử lý tiếp. Đã thấy rằng sau đó đã không diễn ra sự dính kết cho dù không có tầng khuấy (xem DE 10349016 với tiếp theo DE 102006013062).

Trong bước tiếp theo để tăng cường xử lý, phương pháp được mô tả trong WO 2006/06030 trong đó đạt được độ nhót bên trong cao trong quá trình đa ngưng tụ nóng chảy, lượng axetaldehyt thấp đạt được bởi sự kiểm soát quy trình tốt. Vì vậy, đối với hạt để sản xuất chai chế tạo lần đầu có thể được sản xuất ở quy mô công nghiệp không có sự ngưng tụ sau thể rắn. Đối với quy trình mới được gọi là quy trình làm nóng chảy thành nhựa (melt-to-resin process - MTR[®]), sự tạo hạt ẩn nhiệt được sử dụng. Ngoài ra, nhiệt bên trong còn lại trong hạt và nhiệt kết tinh tạo ra được sử dụng trực tiếp để khử lượng axetaldehyt bằng cách xử lý nhiệt bằng không khí ở 175°C. Sự gia tăng độ nhót không được thấy sau đó.

Trong US 7674878, phương pháp tạo hạt ẩn nhiệt, trong đó hạt không dính kết được tạo ra có thể xử lý thêm ở mức nhiệt độ kiểm soát bằng cách làm lạnh đột ngột, được mô tả.

Sự giảm độ nhót do hơi ẩm sau thiết bị ly tâm có khuấy phải được tránh trong phương pháp MTR[®] nêu trên. Kết quả của sự phát triển thêm nữa được nhấn mạnh trong WO 2009/027064. Thiết bị ly tâm có khuấy cải thiện mà khác biệt bởi sự đi vào theo phương tiếp tuyến của hỗn hợp hạt-nước vào trong thiết bị ly tâm có khuấy được mô tả trong tài liệu này. Đường kính của thiết bị ly tâm có khuấy được mở rộng ở đỉnh. Sau khi loại bỏ phần lớn nước ở phần dưới, phần nước còn lại được loại bỏ bằng cách ly tâm với đường kính gia tăng. Sự thoát hơi nước được trợ giúp bằng không khí được cấp ở tâm. Không khí khô cũng được đưa vào theo dòng ngược chiều ở cửa xả hạt và các silo tiếp theo để tránh cuốn theo hơi ẩm trong quá trình xử lý nhiệt thêm nữa (loại aldehyt). Bởi vậy, sự giảm độ nhót do thủy phân có thể tránh được nhiều.

Trong US 5292865, các yếu tố cơ bản của phương pháp có quá trình đa ngưng tụ nóng chảy và loại aldehyt được mô tả. Sự xử lý bằng không khí khô và nhờ đó xuất hiện sự gia tăng độ nhót ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ

170 đến 185°C với thời gian xử lý nằm trong khoảng từ 10 đến 12 giờ được nhấn mạnh. Ngoài ra, phương pháp kết tinh ẩn nhiệt được mô tả trong đó vấn đề dính kết với các phương pháp kết tinh khác không diễn ra. Tuy nhiên, phương pháp kết tinh ẩn nhiệt có kiểm soát nhiệt độ mà cho phép vận hành tối ưu đối với việc loại aldehyt ngay cả đối với hạt nhỏ và chủ yếu để sử dụng trong công nghiệp không được mô tả trong patent này. Hạt chỉ phải được sấy theo cách phức tạp theo phương pháp này để diễn ra sự gia tăng độ nhớt, mà ảnh hưởng nhiều đến sự giảm độ nhớt do thủy phân.

Tuy nhiên, có các nhược điểm về kinh tế và chất lượng khác nhau đối với các phương pháp nêu trên.

1. Ứng suất nhiệt trong quá trình ngưng tụ sau nóng chảy

Ở độ nhớt bên trong cao hơn, độ nhớt nóng chảy cũng gia tăng trong các thiết bị phản ứng đa ngưng tụ. Dòng nóng chảy và trên hết là sự tạo thành bề mặt và vì vậy sự xả các sản phẩm phụ là gặp khó khăn. Do vậy, cần phải sử dụng nhiệt độ cao hơn hoặc cần thời gian lưu dài hơn. Vì vậy, các phản ứng thoái biến diễn ra trái ngược với sự gia tăng độ nhớt và dẫn đến thúc đẩy gia tăng các sự hao tổn vật liệu.

2. Chi phí năng lượng và đầu tư trong SSP

Tiền sản phẩm ở dạng hạt phải được sấy và gia nhiệt. Do đó, sản phẩm được kết tinh và tạo phức, các bước trung gian di chuyển cơ học phải được thực hiện để ngăn chặn sự dính kết các hạt mà khởi phát trong quá trình kết tinh. Sự xử lý trong các tầng sôi dẫn đến tạo thành bụi và đòi hỏi các thiết bị lọc tương ứng để vận hành ổn định.

3. Hư hại do oxy hóa do nhiệt với hạt trong quá trình SSP

Theo kinh nghiệm thông thường, sự ngưng tụ sau thể rắn trong dòng khí bắt đầu có thể phát hiện chỉ từ nhiệt độ khoảng 180°C, trong đó, khi sử dụng không khí, sự bắt đầu hư hại do oxy hóa tuy nhiên đã phải được tính đến rồi. Ở nhiệt độ thấp hơn (khoảng 160°C), sự ngưng tụ rắn cũng có thể

được thực hiện bằng không khí tương ứng với thời gian phản ứng dài. Tuy nhiên, để tránh thiết bị lớn bằng cách thúc đẩy phản ứng, trên thực tế nhất thiết phải vận hành ở nhiệt độ cao hơn, khi đó khí trơ cần được sử dụng trong bất kỳ trường hợp nào: từ khoảng 190°C , thành phần oxy của không khí dẫn đến sự mất chất lượng có thể thấy được một cách đáng kể; mặt khác, các khí trơ là đắt tiền và phải được tuần hoàn lại. Vì mục đích này, oxy và các sản phẩm phụ bất kỳ xuất hiện phải được loại bỏ bằng các thiết bị làm sạch phức tạp.

4. Giảm trọng lượng phân tử do thủy phân

Polyeste là chất hút ẩm và hút hơi ẩm trong quá trình tạo hạt hoặc trong quá trình bảo quản trong môi trường không khí. Do đó, trước khi xử lý tiếp, vật liệu phải được sấy khô, nói chung trong tầng rắn hoặc tầng sôi bằng không khí hoặc khí trơ. Hơi ẩm còn lại trong hạt, cũng như hơi ẩm trong không khí sấy hoặc trong dòng tuần hoàn khí trơ, dẫn đến sự thủy phân và giảm độ nhớt.

5. Thủy phân trong quá trình sử dụng lại các chai PET tái chế trong các chai đựng đồ uống mới

Sau khi sử dụng, các chai PET được thu gom, phân loại, rửa và nghiền thành tấm mỏng. Để sử dụng lại, chất gây ô nhiễm còn dư phải được loại bỏ. Với mục đích này, vật liệu được xử lý bằng nhiệt trong chân không hoặc khí trơ. Hơi ẩm còn lại dẫn đến sự thủy phân và giảm độ nhớt. Để sử dụng lại vật liệu này trong các chai mới, độ nhớt này phải được gia tăng lại.

Một vấn đề cụ thể trong phương pháp sản xuất hạt polyeste nêu trên, cụ thể trong phương pháp kết tinh ẩn nhiệt đã biết, là, trong trường hợp thực hiện phương pháp đã biết từ giải pháp kỹ thuật đã biết, trong quá trình kết tinh hạt, sự giảm độ nhớt bên trong và do đó giảm trọng lượng phân tử của polyeste được sử dụng luôn có thể được quan sát đến một mức độ nhất định. Trong trường hợp này trong đó sự giảm trọng lượng phân tử của hạt

polyeste theo cách như vậy thì cần phải được loại bỏ, do đó quá trình ngưng tụ sau thể rắn tiếp theo luôn hoàn toàn cần thiết.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là phát triển phương pháp kết tinh đã biết từ giải pháp kỹ thuật đã biết sao cho giảm thiểu được sự giảm độ nhớt bên trong của hạt polyeste được sử dụng.

Mục đích này đạt được bởi các dấu hiệu nêu trong điểm 1 yêu cầu bảo hộ, các điểm yêu cầu bảo hộ phụ thuộc là các phương án có lợi theo sáng chế.

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất hạt polyeste không dính, trong đó:

- a) nguyên liệu polyeste thô dưới dạng nóng chảy được ép qua vòi phun, được tạo hạt trong dòng nước mát và, sau khi qua thời gian làm nguội bằng nước, được tách ra khỏi dòng nước làm nguội, và
- b) hạt thu được ở bước a) được đưa đến, ngay sau bước a), bước sấy khô bằng nhiệt và xử lý sau bằng cách cấp dòng khí gồm khí hoặc hỗn hợp khí cho hạt, hạt này được dẫn hướng trong quá trình xử lý sau qua bộ phận điều chỉnh,

trong bước b), cả hạt được sử dụng và cả khí hoặc hỗn hợp khí cấp của dòng khí đều không được gia nhiệt bằng cách đưa vào năng lượng từ bên ngoài.

Phương pháp này kết hợp phương pháp tạo hạt trong nước có xử lý nhiệt trong dòng khí và khác biệt bởi sự tách nước và loại ẩm được cải thiện giữa bước tạo hạt và xử lý nhiệt. Sau khi tách nước, tốt hơn nếu hơi ẩm còn lại nhỏ hơn 200 ppm, so với trọng lượng hạt. Phương pháp này còn khác biệt bởi thực tế là nhiệt không được cấp đến hạt và đến dòng khí để tách nước và sự xử lý nhiệt, và tốt hơn nếu sự xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ lớn hơn 165°C.

Bất ngờ là đã thấy rằng trong quá trình thực hiện phương pháp theo điểm 1 yêu cầu bảo hộ, sự gia tăng trực tiếp trọng lượng phân tử của hạt polyeste được sử dụng theo cách này trong bước b) có thể được thấy trong quá trình kết tinh. Nhiệt dư chứa trong hạt polyeste được sử dụng ở đây để thực hiện đồng thời sự ngưng tụ sau cùng với sự kết tinh đồng thời hạt. Do đó, hạt polyeste thu được không chỉ không dính mà còn có độ nhớt – so sánh được với độ nhớt bên trong theo bước a), tức là tạo hạt bằng nước nóng – độ nhớt bên trong cao hơn.

Theo phương pháp theo sáng chế, có thể có được sự gia tăng độ nhớt lên đến 0,30 dl/g theo phương pháp đo ASTM so với vật liệu nóng chảy được sử dụng. Tốt hơn nếu sự tăng độ nhớt ít nhất là 0,02 dl/g.

Với phương pháp mới này có thể đạt được hơi ẩm còn lại và nhiệt độ phản ứng cần thiết cho sự ngưng tụ sau trực tiếp bằng nhiệt dư. Sự kết hợp tạo hạt ẩn nhiệt cùng với tách nước được cải thiện và sự loại ẩm với sự xử lý nhiệt từ giờ có thể được gọi là “sự ngưng tụ sau với nhiệt dư” hoặc “sự xử lý nhiệt”. Do đó, sự gia tăng trọng lượng phân tử có thể có tầm quan trọng thứ yếu nếu sự xử lý nhiệt dùng cho các mục đích khác như loại aldehyt hoặc loại tạp chất.

Thuật ngữ polyeste sử dụng ở đây, ngoài polyetylen terephthalat, dự tính bao gồm cả các copolyme liên quan trong sản xuất trong đó một phần của các monome (etylen glycol và axit terephthalic) được thay thế bằng các diol hoặc axit dicarboxylic khác.

Độ nhớt bên trong (I.V.) được sử dụng theo sáng chế dưới dạng đại lượng đặc trưng cho trọng lượng phân tử. Độ nhớt bên trong (I.V.) càng cao và do đó phân tử càng dài thì độ bền càng cao. Vì các phương pháp đo độ nhớt khác nhau được sử dụng trong lĩnh vực chuyên môn, nên độ nhớt bên trong ở đây luôn được đo theo phương pháp ASTM (I.V. theo ASTM) được sử dụng. Độ nhớt trong (I.V.) của hạt được sử dụng có thể thường nằm

trong khoảng từ 0,62 đến 0,90, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,70 đến 0,80.

Trong trường hợp tạo hạt trong nước, hạt được giữ ở mức nhiệt độ cao, tức là cao hơn điểm chuyển hóa thủy tinh, bằng cách tiếp xúc rất nhanh với nước (làm lạnh đột ngột). Nước được tách một cách nhanh chóng trong thiết bị ly tâm có khuấy và phần nước dư còn lại được làm bay hơi trước hết bởi dòng nhiệt ra khỏi lõi. Cho dù sự kết tinh bắt đầu ngay lập tức, không có sự dính kết xuất hiện và hạt có thể được xử lý thêm bằng nhiệt trực tiếp để tạo ra sản phẩm nhờ nhiệt bên trong mà không có sự đưa vào nhiệt bổ sung. Nhiệt kết tinh tạo ra còn trợ giúp sự gia tăng nhiệt độ.

Với phương pháp mới phát triển bao gồm sự ngưng tụ sau với nhiệt dư, sự xử lý nhiệt sẽ có thể thực hiện được, trong đó các nhược điểm nêu trên có thể được làm giảm thiểu hoặc khắc phục hoàn toàn.

Ngoài sự tăng độ nhớt, sáng chế có các ưu điểm sau:

- Sự đa ngưng tụ giai đoạn nóng chảy có thể thực hiện được ở độ nhớt đầu ra thấp hơn. Phản ứng có thể được thực hiện ở nhiệt độ thấp hơn. Sự cải thiện chất lượng được tạo ra từ đó nhờ sự giảm hư hại do nhiệt.

- Đối với sự đa ngưng tụ giai đoạn nóng chảy có độ nhớt đầu ra thấp, thời gian lưu ngắn hơn là có thể thực hiện được. Vì vậy năng suất cao hơn được tạo ra với thiết bị phản ứng có cùng kích cỡ.

- Sự ngưng tụ sau bằng nhiệt dư, so với SSP thông thường, có thể được thực hiện mà không cần bước sấy di chuyển cơ học bổ sung hoặc kết tinh. Chi phí đầu tư và chi phí năng lượng là ít hơn. Hao tổn vật liệu do hình thành bụi là nhỏ hơn.

- Sự ngưng tụ sau bằng nhiệt dư, so với SSP thông thường, có thể được thực hiện với dòng khí nhỏ hơn.

- Trong trường hợp loại aldehyt, sự tăng thêm độ nhớt là có thể có được với chi phí vận hành và chi phí đầu tư tương tự.

- Trong trường hợp loại aldehyt, có thể đạt được chất lượng tốt hơn nhờ sự kiểm soát nhiệt độ được cải thiện.

- Trong trường hợp của quy trình tái chế chai PET, sự ngưng tụ sau với nhiệt dư có thể trợ giúp việc loại tạp chất. Trên hết mong muốn giảm độ nhớt do thủy phân mà không thể tránh khỏi trong quá trình nóng chảy trong thiết bị ép đùn có thể được bù đắp.

- Trong trường hợp của quy trình tái chế chai PET, không khí thải nóng và khô từ sự xử lý nhiệt có thể được sử dụng để sấy phôi mỏng phía trước thiết bị ép đùn. Tiếp đó bước sấy này có thể được sử dụng ngay cả đối với bước thứ nhất để loại tạp chất.

- Tiếp tục sấy hạt.

- Loại bỏ các sản phẩm phụ.

- Loại bỏ tạp chất.

- Loại tạp chất của chai tái chế.

- Vận chuyển hạt.

Điều kiện ưu tiên để gia tăng IV mà không bị mất chất lượng bởi hư hại do oxy hóa là như sau:

- Đạt được nhiệt độ trung bình cao trong trường hợp tạo hạt ản nhiệt, ngay cả với hạt nhỏ, tức là trong trường hợp tỷ lệ cao giữa bề mặt sản phẩm với thể tích sản phẩm.

- Kiểm soát chính xác sự làm nguội đột ngột bằng cách điều chỉnh nhiệt độ nước tạo hạt và thời gian tiếp xúc giữa hạt với nước.

- Tách hiệu quả nước bề mặt còn lại trên hạt và loại bỏ hơi nước tạo ra.

- Cấp không khí rất khô cho quá trình xử lý nhiệt.

Sau đây sáng chế mô tả cách kết hợp của sự tạo hạt ản nhiệt cùng với sự xử lý nhiệt bằng khí tạo ra hạt mà có độ nhớt cao hơn đáng kể so với vật liệu nóng chảy. Phương pháp ngưng tụ sau với nhiệt dư được dựa trên cơ sở sự tách nước và sấy được cải thiện trong quy trình tạo hạt ản nhiệt. Các thay

đổi trong việc làm nguội và thay đổi nhiệt độ do sự bay hơi nước không được kiểm soát sau thiết bị sấy được tránh.

Sự thủy phân phân lớn được ngăn chặn. Không có sự cấp nhiệt và sử dụng nhiệt bên trong và nhiệt kết tinh, sự xử lý nhiệt có thể được thực hiện ở mức nhiệt độ được điều chỉnh một cách chính xác là ngay dưới nhiệt độ tới hạn mà làm mất chất lượng bởi thoái biến do oxy hóa.

Theo một phương án ưu tiên, sáng chế đề xuất khí hoặc hỗn hợp khí được chọn từ nhóm gồm nitơ, không khí, khí trơ và/hoặc hỗn hợp của chúng.

Tốt hơn nếu khí hoặc hỗn hợp khí được sử dụng theo sáng chế, mà được tạo ra trong bước b), có lượng nước rất thấp, trước khi được đưa vào bộ phận điều chỉnh, tức là rất khô. Lượng nước có thể được biểu hiện bằng điểm sương mà, theo các phương án ưu tiên, $\leq 0^{\circ}\text{C}$, tốt hơn nếu $\leq -10^{\circ}\text{C}$, đặc biệt ưu tiên $\leq -40^{\circ}\text{C}$. Tốt hơn nữa nếu khí và/hoặc hỗn hợp khí sử dụng không chứa các thành phần hữu cơ, như dung môi chẳng hạn. Cần hiểu rằng “không chứa” nghĩa là lượng mà không có thể phát hiện được bằng cách phân tích, (ví dụ $\leq 0,1$ ppm). Với mục đích này, khí và/hoặc hỗn hợp khí có thể không chứa các thành phần hữu cơ, ví dụ, bằng thiết bị xử lý khí, và được sấy đến điểm sương nhỏ hơn -10°C .

Tốt hơn nếu dòng khí được giải phóng trong bước b) ở tốc độ ống rỗng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,5 m/s, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,15 m/s. Ở tốc độ ống rỗng được xác định bằng cách làm trống rỗng, tức là xả, bộ phận điều chỉnh với dòng khí và xác định tốc độ dòng khí này (tốc độ ống rỗng).

Lượng khí xả ưu tiên vào trong bộ phận điều chỉnh ở đây nằm trong khoảng từ 0,05 đến 1 kg, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,5 kg, hỗn hợp khí cho một kg hạt sử dụng. Tốt hơn nếu lượng khí này được giải

phóng cho một giờ. Cũng có thể dẫn khí với tỷ lệ trọng lượng nằm trong khoảng từ 1:10 đến tối đa 1:1 theo dòng ngược chiều với hạt.

Do đó có lợi nếu dòng khí đã gia nhiệt được tách khỏi hạt, từ bộ phận điều chỉnh, được sử dụng cho các mục đích sau:

- Loại ẩm của khí được sử dụng để xử lý nhiệt.
- Sấy phiến mỏng tái chế.
- Vận chuyển hạt.
- Loại bỏ các sản phẩm phụ rất dễ bay hơi, như axetaldehyt, ra khỏi nước thải của hệ thống ngưng tụ sau.

Với mục đích này, không những toàn bộ dòng khí, mà còn chỉ một phần dòng khí, có thể được sử dụng.

Theo một phương án ưu tiên nữa, thời gian lưu của hạt trong bước b) nằm trong khoảng từ 1 đến 30 giờ, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 4 đến 20 giờ, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 6 và 14 giờ, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 8 đến 12 giờ.

Cụ thể, đặc biệt có lợi nếu sự tăng độ nhớt bên trong được tạo ra nếu, trong bước a), hạt có trọng lượng hạt trung bình nằm trong khoảng từ 5 đến 30 mg, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 8 đến 20 mg, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 16 mg, được tạo ra.

Thời gian lưu ưu tiên của hạt trong quá trình làm nguội trong bước a) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2 giây, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,8 giây.

Tốt hơn nếu tốc độ của nước trong thời gian làm nguội giữa thiết bị tạo hạt và thiết bị ly tâm có khuấy lớn hơn 4 m/s, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 8 đến 12 m/s.

Do đó, nhiệt độ lõi của hạt polyeste giải phóng trong bộ phận điều chỉnh phải đủ cao để các dải polyeste có thể phản ứng với nhau trong quá trình đa ngưng tụ thêm để sự gia tăng trọng lượng phân tử hoặc độ nhớt bên trong có thể đạt được. Tốt hơn nếu nhiệt độ của lõi của hạt giải phóng cao

hơn nhiều điểm nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của vật liệu polyeste được sử dụng. Nhờ đó, nhiệt độ đặc biệt ưu tiên của tầng hạt nằm trong khoảng từ 175 đến 220°C, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 175 đến 195°C, đặc biệt tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 180 đến 190°C.

Nhờ đó, nhiệt độ hạt có thể được điều chỉnh ví dụ bằng cách lựa chọn tương ứng ít nhất một hoặc tổ hợp tương ứng của một số thông số quy trình sau:

- Thời gian tiếp xúc giữa hạt và nước làm nguội do độ dài và tốc độ của nước trong thời gian làm nguội, thời gian tiếp xúc là nhỏ hơn 1 giây, tốt hơn nếu nhỏ hơn 0,5 giây.

- Thời gian tiếp xúc giữa hạt và nước làm nguội trong thiết bị ly tâm có khuấy, xác định bởi đường kính rôto và tốc độ quay của thiết bị ly tâm có khuấy, thời gian tiếp xúc là nhỏ hơn 1 giây, tốt hơn nếu nhỏ hơn 0,5 giây.

- Nhiệt độ của nước làm nguội, nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 98°C được điều chỉnh, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 75 và 90°C.

- Lượng không khí mà được xác định bởi kích cỡ và tốc độ quay của quạt hút.

- Kích cỡ hạt, kích cỡ hạt trung bình nhỏ hơn 20 mg, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 8 đến 16 mg, được thiết lập. Với mục đích này, dòng khối nóng chảy, số cánh tạo hạt, số lỗ phun và tốc độ quay của rôto cần được kết hợp một cách tương ứng.

Ngoài ra, có lợi nếu, giữa bước a) và b), nước dính vào hạt được loại bỏ bởi thiết bị ly tâm bằng cách ly tâm. Thiết bị ly tâm sử dụng có thể được cấu tạo dưới dạng thiết bị ly tâm có khuấy chẳng hạn, đặc biệt có lợi nếu thiết bị ly tâm có khuấy có thể được tách ra khỏi hệ thống khí cho mục bảo trì bằng các bộ phận nối.

Có lợi nếu nhịp của hỗn hợp nước-hạt được sử dụng bởi sự đi theo phương tiếp tuyến vào trong thiết bị ly tâm có khuấy để tách nhanh nước bằng lực ly tâm.

Để tách phân polyme quá cỡ ra khỏi bước tạo hạt, tốt hơn nếu khoang kín, trước khi đi vào thiết bị ly tâm có khuấy, có thời gian lưu nhỏ hơn 0,5 giây, được bố trí với các vách ngăn. Một phần của nước có thể được tách trước thiết bị ly tâm có khuấy bằng các lỗ trong thời gian làm nguội.

Tốt hơn nếu đường kính của thiết bị ly tâm có khuấy được mở rộng ở đỉnh dạng hình côn hoặc dạng bậc để tăng lực ly tâm để ly tâm phần nước còn lại. Có lợi nếu khí nóng từ sự xử lý nhiệt được cấp đến thiết bị ly tâm có khuấy qua ống ra theo dòng ngược chiều với hạt. Ngoài ra, khí nóng từ sự xử lý nhiệt có thể được cấp đến phần bên trong thân rộng bộ phận khuấy (thiết bị ly tâm có khuấy). Khí cấp và hơi thu được và cả giọt có thể được lấy ra bởi quạt hút qua lưới của thiết bị ly tâm. Tốt hơn nếu bộ ngưng tụ được bố trí trong ống không khí thải. Nước tạo hạt thu hồi theo cách này được tuần hoàn lại hệ thống tuần hoàn nước của bước tạo hạt.

Đặc biệt tốt hơn nếu từ quan điểm về năng lượng, nếu hỗn hợp khí được tách ra khỏi hạt sau khi được cấp đến hạt và được sử dụng để tách và/hoặc sấy sơ bộ hạt mà được tách ra khỏi nước làm nguội trong bước a). Theo phương án này, không khí ở nhiệt độ trong phòng có thể được xả vào bộ phận điều chỉnh (bước b) và được đưa theo dòng ngược chiều đối với chiều đưa hạt qua bộ phận điều chỉnh. Do đó dòng không khí được làm ấm một cách liên tục. Vì vậy, không khí này có thể được sử dụng để tách hạt polyeste ra khỏi thiết bị ly tâm mà không cần được gia nhiệt sơ bộ.

Tương tự, có thể là sau khi hỗn hợp khí đã được cấp đến hạt, hỗn hợp khí này được tách ra khỏi hạt và được sử dụng để tách và/hoặc sấy sơ bộ hạt mà được tách ra khỏi nước làm nguội trong bước a).

Nguyên liệu polyeste thô sử dụng trong bước a) có thể được tạo ra ví dụ bằng cách thực hiện phản ứng đa ngưng tụ giữa ít nhất một diol với ít

nhất một axit dicarboxylic hoặc bằng phản ứng este hóa lại giữa ít nhất một dieste của axit dicarboxylic với ít nhất một diol. Theo phương án này, phương pháp này đề cập đến phương pháp đặc biệt có lợi để, ví dụ, tạo ra liên tục hạt polyeste có độ nhót bên trong cao.

Tuy nhiên có thể là nguyên liệu polyeste đã sản xuất trước, ví dụ ở dạng hạt và/hoặc phiến mỏng, được cấp bằng cách làm nóng chảy đến quy trình theo sáng chế. Sự làm nóng chảy này có thể được thực hiện bằng thiết bị ép đùn chẳng hạn.

Polyme sử dụng có thể được tạo ra trực tiếp trong hệ thống ngưng tụ sau hoặc được làm nóng chảy trong thiết bị ép đùn, cụ thể liên quan đến một trong số các chất dẻo hoặc hỗn hợp của chúng sau đây:

- polyetylen terephthalat
- polyetylen terephthalat được làm biến đổi bằng axit dicarboxylic hoặc diol
- phế thải thu gom sau khi sử dụng hoặc phế thải từ các thiết bị sản xuất mà được xử lý để sử dụng trong các sản phẩm mới.

Hạt được tạo ra theo sáng chế có thể được tách dưới dạng sản phẩm cuối và được cất giữ chẳng hạn. Tuy nhiên, cũng có thể cấp hạt được tạo ra theo sáng chế, theo sự xử lý nhiệt theo sáng chế, ở trạng thái nóng để xử lý tiếp ở thiết bị ép đùn nóng chảy và ví dụ để xử lý thêm trong phương pháp tạo hình, ví dụ phương pháp đúc phun, phương pháp đúc phun màng hoặc vuốt sâu, để tạo ra các vật đúc tương ứng. Cụ thể, hạt có thể được xử lý để tạo ra các vật đúc sau:

- phôi tạo hình trước dùng cho chai
- màng hoặc lá
- sợi tổng hợp.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Sáng chế được mô tả tiếp sau đây tham chiếu đến các hình vẽ kèm theo và các phương án thực hiện được mô tả chi tiết hơn mà không nhằm giới hạn phạm vi của sáng chế.

Fig.1 thể hiện phương pháp ngưng tụ sau với nhiệt dư theo một phương án của sáng chế.

Fig.2 thể hiện phương pháp ngưng tụ sau với nhiệt dư theo một phương án khác của sáng chế.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trên Fig.1, một phương pháp ngưng tụ sau với nhiệt dư được thể hiện, trong đó không khí môi trường đã loại ẩm được dẫn theo dòng ngược chiều với hạt. Nhờ sự tách nước được cải thiện và nhiệt độ được kiểm soát, phương pháp này cho phép gia tăng độ nhớt thường bằng 0,05 dl/g theo ASTM. Trên hình vẽ này, sự ngưng tụ sau bằng nhiệt dư được sử dụng để loại aldehyt bằng không khí. Vì vậy, nhiệt độ có thể được điều chỉnh, không có sự mất chất lượng, gần với nhiệt độ biên gây ra sự hư hại do oxy hóa với polyme. Ngoài sự gia tăng độ nhớt, cũng đạt được lượng AA thấp đối với hạt để sản xuất chai được tạo ra từ đó trong phương pháp MTR[®] thể hiện ở đây.

Phương pháp thể hiện trên Fig.1 bao gồm các bước chính sau:

(1) Tạo hạt trong nước: lượng vật liệu nóng chảy polyeste có kiểm soát (FC1) được ép vào khoang mà nước chảy qua đó, bằng số lượng vòi phun thích hợp. Số lượng cánh cần thiết quay trên tám phun (SC1) ở tốc độ quay mà được kiểm soát theo tỷ lệ với lượng vật liệu nóng chảy và bởi vậy tạo ra hạt dạng hình cầu có trọng lượng hạt trung bình xác định. Trọng lượng hạt thấp với tỷ lệ lớn giữa bề mặt sản phẩm với trọng lượng là có lợi vì do việc loại aldehyt, sự tăng độ nhớt hoặc nếu cần sự loại tạp chất diễn ra nhanh hơn. Tuy nhiên đối với hạt nhỏ, yêu cầu cao hơn được đặt ra với phương pháp này để đạt được nhiệt độ cao và không đòi cần thiết trong việc

xử lý nhiệt. Ngoài ra, sự cuốn theo hơi ẩm là khó tránh hơn trong trường hợp hạt nhỏ.

(2) Tuần hoàn nước làm nguội: lượng nước tạo hạt được tuần hoàn bởi bơm tuần hoàn (2) được kiểm soát ở mức mà thời gian lưu mong muốn và do đó việc làm nguội vật liệu nóng chảy được điều chỉnh trong thời gian làm nguội (4): thời gian lưu càng dài, nhiệt dư trong việc làm nguội hạt từ bên ngoài đến bên trong càng ít.

(3) Điều chỉnh nhiệt độ của nước tạo hạt: ngoài thời gian lưu trong thời gian làm nguội, nhiệt độ nước được điều chỉnh trong bộ phận làm nguội (3) bằng (TC3) có tác động lớn lên nhiệt dư còn lại.

(5) Thiết bị ly tâm có khuấy -> loại bỏ nước: ngoài thời gian lưu và nhiệt độ trong thời gian làm nguội, thời gian tiếp xúc còn lại giữa nước và hạt trong thiết bị ly tâm có khuấy (5) là quyết định đối với nhiệt dư mà còn lại trong hạt. Cũng để đảm bảo lượng nhiệt dư cao đối với hạt nhỏ mong muốn, sự tách rất nhanh nước ra khỏi hạt là cần thiết. Điều này được thực hiện bởi sự đi theo phương tiếp tuyến vào thiết bị ly tâm ở tốc độ cao để đảm bảo sự ly tâm tách nước mà không tạo xoáy và không mất thời gian trực tiếp ở đường đến rôto. Với tốc độ quay có thể điều chỉnh được của rôto (SC5), thời gian tiếp xúc của hạt-nước trong thiết bị ly tâm có thể được điều chỉnh một cách tối ưu.

(5) Thiết bị ly tâm có khuấy -> ngưng tụ sau: nước còn lại dính vào hạt thực hiện bước làm nguội thêm (không mong muốn) vì sự ngưng tụ sau. Do đó, đường kính của thiết bị ly tâm có khuấy – như được mô tả trong đơn DE 10 2007 040 135.5 – được chọn để lớn hơn ở vùng trên để tăng lực ly tâm.

(16) Hút: giọt nhỏ và hơi nước được lấy ra càng nhanh càng tốt bởi quạt hút (16) qua lưới của thiết bị ly tâm, nước được thu hồi bằng bộ ngưng tụ (15). Sự lấy ra này được trợ giúp bởi khí nóng và khô từ sự xử lý nhiệt (12).

(6), (12) Dẫn khí: dòng khí từ bước xử lý nhiệt được phân chia sao cho dòng hạt không bị va đập. Một phần đi qua ống tạo hạt (6) đến cửa ra của thiết bị ly tâm có khuấy (5). Bước này dùng để đưa trở lại hơi ẩm dư còn lại mà được dự tính để làm bay hơi vẫn giữa thiết ly tâm và sự xử lý nhiệt. Ngoài ra, dòng riêng phần (12) được đưa trực tiếp vào tâm của thiết bị ly tâm (5) để trợ giúp lấy ra hơi (16).

(7) Sự xử lý nhiệt: nhiệt độ xử lý nhiệt được tạo ra bởi nhiệt dư trong hạt và nhiệt kết tinh. Tóm lại: nhiệt dư có thể được kiểm soát (TC1) bằng các trị số quy trình sau một cách riêng biệt hoặc kết hợp với nhau:

- trọng lượng hạt chia cho lượng vật liệu nóng chảy (FC1) và tốc độ quay thiết bị tạo hạt (SC1)

- thời gian tiếp xúc của nước-hạt chia cho lượng nước (FC2) và tốc độ nổi trong thời gian làm nguội (4) và cả tốc độ quay của thiết bị ly tâm có khuấy (SC5)

- nhiệt độ nước tạo hạt (TC3)

- lấy ra (SC7) với sự trợ giúp của các dòng khí (6) và (12)

Nhờ quạt (11), không khí được dẫn từ đáy đến đỉnh qua tầng hạt mà đi từ đỉnh đến đáy ở bộ phận điều chỉnh, ví dụ silô. Nhờ đó khí hấp thụ các sản phẩm phụ rất dễ bay hơi, như nước, etylen glycol, axetaldehyt v.v. tốt hơn nếu ở nhiệt độ lớn hơn 175°C, điều này dẫn đến sự tăng độ nhớt và giảm lượng AA, tức là dẫn đến sự ngưng tụ sau thể rắn. Với nhiệt độ tăng (TC1), cả sự gia tăng độ nhớt cũng như sự giảm AA là lớn hơn cho một đơn vị thời gian. Để tránh mất chất lượng bởi hư hại do oxy hóa, tốt hơn nếu sự vận hành có thể được chuyển sang khí trơ từ nhiệt độ nằm trong khoảng từ 185 đến 195°C (3b). Đồng thời, việc loại tạp chất của hạt, tức là loại aldehyt của hạt diễn ra để sản phẩm thu được có độ nhớt gia tăng đồng thời và lượng axetaldehyt thấp (ví dụ < 1 ppm, tốt hơn nếu < 0,5 ppm).

(19) Loại ẩm của không khí: trong trường hợp xử lý nhiệt bằng không khí môi trường, không khí này cần được lọc (9). Loại ẩm không khí

đến thấp hơn -10°C là cần thiết để sự giảm độ nhớt bằng cách thủy phân được ngăn chặn. Đối với sự gia tăng độ nhớt, điểm sương thấp hơn -40°C cần được thiết lập (TC10).

(8) Xử lý tiếp thêm: hạt có thể được làm nguội trong bộ phận làm nguội mà được hợp nhất trong silô hoặc phía sau nó để bao gói ở nhiệt độ mà cho phép đối với việc này. Tuy nhiên, polyeste hút ẩm và sẽ lại hút thu hơi ẩm trong quá trình vận chuyển. Do đó, việc xử lý thêm trực tiếp mà không làm nguội là hiệu quả hơn về năng lượng: trong trường hợp này, hạt không thể hút thu hơi ẩm và do đó cũng không bị thủy phân. Bởi vậy có thể là hạt có thể được làm nóng chảy lại trực tiếp trong thiết bị ép đùn ở nhiệt độ cao không có sự giảm độ nhớt; và vì vậy tránh được sự sấy bổ sung khác trước khi làm nóng chảy.

(13) Sử dụng nhiệt thải: khí ra khỏi sự xử lý nhiệt là nóng và khô. Do đó, dòng khí thải không được yêu cầu để vận hành thiết bị ly tâm có khuấy có thể được sử dụng. Các trường hợp ứng dụng thông thường là:

- Thu hồi nhiệt trong quá trình loại ẩm không khí (10) (hoàn nguyên).
- Sử dụng dưới dạng không khí vận chuyển đối với sự vận chuyển nhiệt động.
- Sấy hạt hoặc phiến mỏng tái chế.

Trên Fig.2, phương pháp ngưng tụ sau với nhiệt dư được thể hiện, trong đó khí tro được dẫn theo dòng ngược chiều với hạt. Nhiệt độ (TC1) có thể được vận hành cao hơn vì sự thoái biến do oxy hóa được ngăn chặn. Tuy nhiên trong kiểu vận hành này, vì lý do kinh tế khí tro phải thường được tuần hoàn lại như trong sự ngưng tụ sau thể rắn. Để tránh có nhiều chất hữu cơ trong dòng tuần hoàn này, thiết bị làm sạch khí (17) cần được bố trí ngoài bộ phận loại ẩm (10), ví dụ ở dạng đốt có xúc tác.

Sự mô tả phần lớn giống với sự xử lý nhiệt như được thể hiện trên Fig.1 bằng không khí môi trường.

Các yếu tố sau là mới:

(5) Sự ngắt của thiết bị ly tâm có khuấy: các bộ phận nối ngắt được kết hợp trong các ống cấp khí (6) và (12) và bộ phận lấy ra (16). Bởi vậy, trong trường hợp ngừng thiết bị ly tâm có khuấy, sự mất khí tro đất tiền có thể được giảm.

(12) Sự cấp nitơ: để giữ không khí đi vào ở mức tối thiểu sau khi ngừng thiết bị ly tâm có khuấy, việc rửa bằng nitơ được thực hiện.

(13) Làm sạch khí: sản phẩm phụ hữu cơ thu được từ sự ngưng tụ sau bằng nhiệt dư được loại ra khỏi hệ thống tuần hoàn. Việc xử lý thêm trực tiếp đối với hạt nóng ở đây là có thể thực hiện được trong thiết bị ép đùn làm nóng chảy hoặc làm nguội bằng cách lưu giữ trung gian và vận chuyển.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các trị số thể hiện ở đây là các số đo từ các thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, mà so sánh quá trình tăng độ nhớt, sự phát triển màu và loại aldehyt trong trường hợp xử lý nhiệt bằng không khí và bằng nitơ ở các mức nhiệt độ khác nhau. Sản phẩm trung gian được làm nguội đến điều kiện môi trường.

Sự xử lý nhiệt bằng không khí	Thời gian	Nhiệt độ của tầng hạt	AA	Độ nhớt	Bột màu		Hạt màu	
	giờ	°C	ppm	i.V.	L	b	L	b
	0	160	23,6	0,793	91,2	2,6	79,8	2,2
	12	Ví dụ so sánh	0,8	0,783	91,9	2,4	80,4	2,2
	0	170	23,6	0,793	91,2	2,6	79,8	2,2
	12	Ví dụ so sánh	0,8	0,779	92,0	2,4	80,4	1,9
	0		23,6	0,793	91,2	2,6	79,8	2,2

	12	180	0,5	0,813	92,9	2,2	82,1	2,7
	0		23,6	0,793	91,2	2,6	79,8	2,2
	12	190	0,3	0,820	93,2	2,4	82,1	3,0
	0		23,6	0,793	91,2	2,6	79,8	2,2
	12	200	0,2	0,884	93,3	2,8	82,5	3,9

Bảng 1

Sự xử lý nhiệt bằng N ₂	Thời gian	Nhiệt độ của tầng hạt	AA	Độ nhớt	Bột màu		Hạt màu	
	Giờ	°C	ppm	i.V.	L	b	L	b
	0	180	23,6	0,793	92,0	1,9	81,2	1,9
	12		0,8	0,850	91,0	2,5	80,4	2,5
	0	190	23,6	0,793	92,0	1,9	81,2	1,9
	12		0,6	0,905	91,2	2,7	82,6	3,4
	0	200	23,6	0,793	92,0	1,9	81,2	1,9
	12		0,4	0,999	90,9	2,8	82,8	2,8

Bảng 2

Sự xử lý nhiệt được thực hiện theo quy trình gián đoạn bằng không khí sấy nóng hoặc nitơ. Sản phẩm ban đầu là giống nhau.

Các trị số đo được trong sự ngưng tụ sau liên tục với nhiệt dư được thể hiện trong Bảng sau:

Sự xử lý nhiệt bằng không khí	Thời gian	Nhiệt độ của tầng hạt	AA	Độ nhớt	Hạt màu		
	giờ	°C	ppm	i.V.	L	a	b
	0	182,2	15,5	0,761	82,1	-1,8	-1,9
	12		1,0	0,807	85,8	-1,4	-0,7
	0	183,6	16,6	0,745	81,9	-1,8	-1,8
	12		1,0	0,800	86,0	-1,5	-0,5
	0	183,9	17,7	0,752	81,6	-1,8	-1,5
	12		0,7	0,803	85,7	-1,3	-0,4
	0	184,0	18,4	0,751	80,0	-1,6	-5,4
	12		0,5	0,804	82,5	-1,1	-3,3
	0	186,0	15,9	0,795	77,9	-1,2	-3,7
	12		0,5	0,844	78,8	-1,0	-2,5

Bảng 3

Các trị số đo thêm dưới đây được xác định với các phép đo này:

- Trọng lượng hạt trung bình 16 mg
- Thời gian lưu trong thời gian làm nguội 0,3 giây
- Nhiệt độ nước tạo hạt đi vào 72°C
- Điểm sương của không khí ở đầu vào xử lý nhiệt -40°C
- Điểm sương của không khí ở đầu ra xử lý nhiệt < -5°C
- Hơi ẩm còn lại được đo với hạt thô sau
thiết bị ly tâm có khuấy 180 ppm

Mẫu thử được lấy trực tiếp ra khỏi dòng hạt nóng ở đầu ra của thiết bị ly tâm có khuấy phải được bịt kín và phải được làm nguội mà không được trì hoãn bởi vì nếu không thì sự ngưng tụ sau làm sai lệch trị số đo.

Các phép đo so sánh trong trường hợp thiết bị ly tâm có khuấy bán trên thị trường là cao hơn 500 ppm ở đầu ra trong trường hợp hơi ẩm còn lại. Điểm sương của không khí ở đầu ra của quá trình xử lý nhiệt là cao hơn

0°C. Trong giờ xử lý nhiệt đầu tiên, sự sấy thêm diễn ra, độ nhớt bên trong giảm từ 0,01 đến 0,03 g/dl do thủy phân.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp làm tăng trọng lượng phân tử trực tiếp bằng cách sử dụng nhiệt dư trong quá trình sản xuất hạt polyeste không dính, trong đó:

a) nguyên liệu polyeste thô được ép dưới dạng nóng chảy qua vòi phun, được tạo hạt trong dòng nước làm nguội (1) và, sau khi chuyển qua vùng nước làm nguội (4), được tách ra khỏi dòng nước làm nguội, và

b) tăng hạt thu được ở bước a) được đưa, ngay sau bước a), qua bước sấy bằng nhiệt và xử lý sau bằng cách sử dụng dòng khí hoặc dòng hỗn hợp khí cho tăng hạt,

trong đó:

trong bước b) cả hạt được sử dụng và khí hoặc hỗn hợp khí của dòng khí được cấp đều không được gia nhiệt bằng cách đưa vào năng lượng bên ngoài, và dòng khí được đưa theo dòng ngược chiều với chiều di chuyển của hạt trong bộ phận điều chỉnh (7), và nhiệt độ trung bình của tăng hạt trước khi đi vào bước b) được thiết lập lớn hơn 170°C,

khác biệt ở chỗ:

thời gian lưu của hạt trong bước b) là nằm trong khoảng từ 1 đến 30 giờ.

2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, khí hoặc hỗn hợp khí được chọn từ nhóm gồm nitơ, không khí, khí trơ và/hoặc hỗn hợp của chúng.

3. Phương pháp theo một điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, khí hoặc hỗn hợp khí trước khi được sử dụng có điểm sương $\leq 0^{\circ}\text{C}$.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ:

a) tốc độ dòng khí ở bước b) là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,5m/s và/hoặc

b) từ 0,05 đến 1 kg, hỗn hợp khí cho một kg hạt được sử dụng ngay khi được sử dụng ở bước b).

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, hạt tạo ra ở bước a) được tạo hạt đến trọng lượng hạt trung bình nằm trong khoảng từ 5 đến 30mg.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, thời gian lưu của hạt trong vùng làm nguội (4) ở bước a) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2 giây.

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, nhiệt độ trung bình của tầng hạt trước khi đi vào bước b) được thiết lập đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 175 đến 220°C.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, nước làm nguội ở bước a) có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 98°C.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, giữa bước a) và b), nước dính vào hạt được loại bỏ bằng cách ly tâm bằng thiết bị ly tâm (5).

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, hỗn hợp khí sau khi được sử dụng cho hạt được tách ra khỏi hạt và được sử dụng ở bước a) để tách và/hoặc sấy sơ bộ hạt mà được tách ra khỏi nước làm nguội.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, dòng khí được tách ra khỏi bước b) được chia thành hai dòng

riêng phần, một dòng riêng phần được tiếp xúc theo dòng ngược chiều với hạt được đưa từ bước a) sang bước b), và dòng riêng phần thứ hai được đưa vào thiết bị ly tâm (5) mà được sử dụng để tách hạt ra khỏi nước làm nguội ở bước a).

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, nguyên liệu polyeste thô sử dụng ở bước a) được tạo ra bằng cách thực hiện phản ứng đa ngưng tụ ở phía trên giữa ít nhất một diol với ít nhất một axit dicarboxylic hoặc bằng phản ứng este hóa lại giữa ít nhất một dieste của axit dicarboxylic với ít nhất một diol hoặc thu được bằng cách làm nóng chảy nguyên liệu polyeste thô.

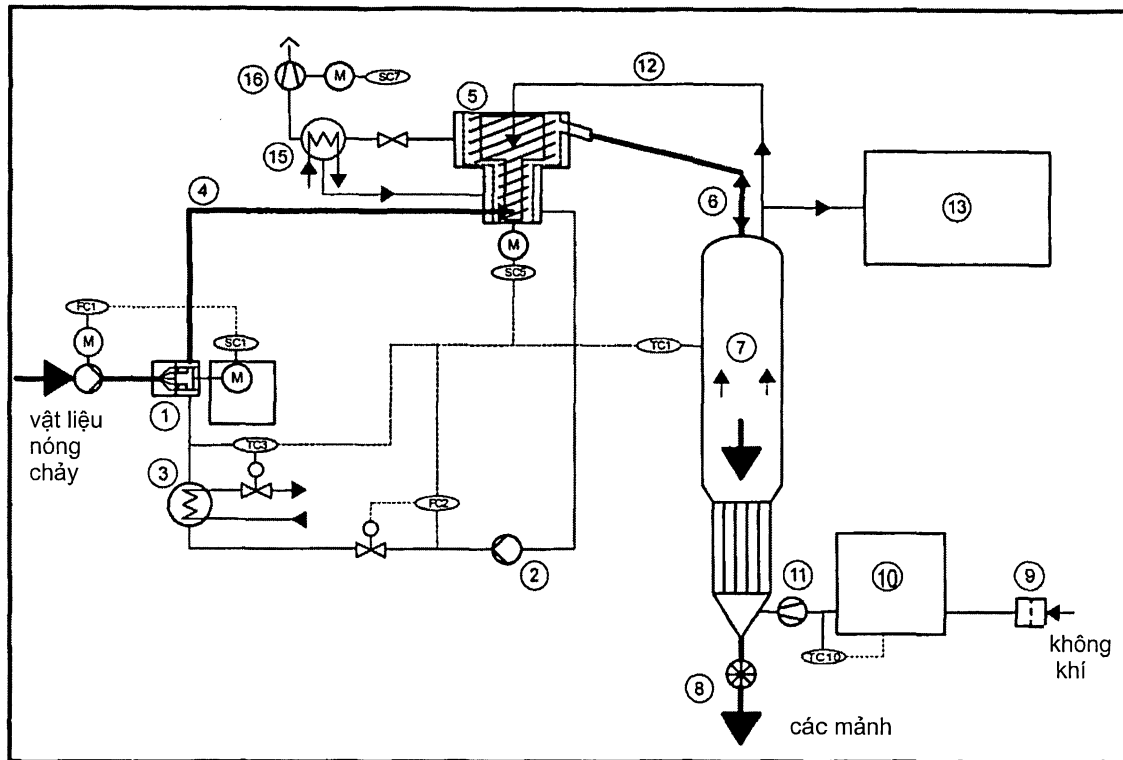


Fig. 1

