

## **AGRADECIMENTOS**

À Selenis no nome do Dr. Rui Toscano, Director Geral, e Eng.º J. Durão, Director de Produção, a possibilidade de proporcionar a realização do projecto.

Ao Professor A. Correia Diogo, que acompanhou e teve a amabilidade de visitar as instalações da Selenis no período em que realizei o projecto.

Ao Eng.º Agostinho Fernandes, Chefe do Departamento de Polímero, pela disponibilidade e orientação dada.

Ao Sr. Janeiro, Supervisor do Departamento de Polímero, pela transmissão de conhecimentos bastante úteis.

## RESUMO

O objectivo desta dissertação é caracterizar e comparar a produção de polímero PET por dois processos de polimerização em fase líquida diferentes: um, com três reactores de transformação e outro, com apenas dois reactores de transformação (processo mais antigo).

Para tal, foram estudados e observados todos os componentes/parâmetros inerentes ao longo de toda a produção de polímero base de ambos os processos.

Para a produção de polímero de poliéster amorfo, denominado internamente por polímero base, são necessárias as seguintes matérias-primas: monoetilenoglicol (MEG), ácido tereftálico (TA) e ácido isoftálico puro (IPA).

Deste estudo podem-se retirar as seguintes ilações:

Tempos menores em cada um dos três reactores, que equivalem a um menor tempo total do ciclo de processamento de uma carga e correspondente maior produção de polímero diária.

As bombas Viking e MAAG proporcionam uma recirculação constante, benéfica para o material contido nos respectivos reactores, promovendo uma maior homogeneização reaccional da carga.

Na etapa de extrusão no processo com três reactores, a bomba MAAG evita uma maior degradação térmica do polímero, mantendo as suas propriedades ópticas inalteráveis.

A produção de “desperdícios da extrusora e grossos” é praticamente a mesma em ambos os processos (~18 kg/carga), mas como no processo com três reactores a produção diária é superior (maior número de cargas diárias), evidentemente que a quantidade diária de “desperdícios da extrusora e grossos” também será maior (equivalente ao número de cargas produzidas diariamente).

A quantidade de cargas desclassificadas no processo com três reactores é superior ao processo com dois reactores. Mas, este valor é compensado com uma maior produção anual de produto conforme.

## ABSTRACT

The goal of this project is to compare and to analyse the production of PET polymer by two different liquid state polymerization processes: one, with three transforming reactors and the second, with two single transforming reactors (eldest process).

Therefore, it were studied and observed every inherent components/ parameters throughout every production of the polymer from both processes.

For the polyester polymer production, internally called by "polímero base", are necessary the following raw material: monoethyleneglycol (MEG), terephthalic acid (TA) e isophthalic purified acid (IPA).

From this study, one may conclude that:

Minor times in each one of the three reactors, are equivalent to a minor total time of the cycle of the procedure from one load and is correspondent to a major daily polymer's production.

The Viking and MAAG pumps provide a constant recirculation, beneficial to the material contained in the respective reactors, promoting a bigger homogenization from the load.

In the stage of the extrusion in the process with three transforming reactors, the MAAG pump avoids a bigger thermal degradation of the polymer, maintaining its optical properties unchanged.

The extruder scrap and coarse grains production is practically the same in both processes (~18 kg/load), but as on the process with three transforming reactors, the daily production is superior (bigger number of daily loads), it is evident that the daily quantity of extruder scrap and coarse grains will also be higher (equivalent to the number of loads daily produced).

The quantity of unqualified loads in the process with three transforming reactors is higher than in the two reactors process. However, this number is rewarded by a bigger annual production of conforming product.

## **PALAVRAS CHAVE**

Politereftalato de etileno, polimerização, poli-condensação, polimerização em estado sólido, processos de polimerização.

## **KEY WORDS**

Polyethylene terephthalate, polymerization, poly-condensation, solid state polymerization, polymerization processes.

## INDÍCE.....

LISTA DE QUADROS e FIGURAS _____	2
ABREVIATURAS _____	3
1. A PRODUÇÃO DO PET À ESCALA INDUSTRIAL _____	4
2. A EMPRESA _____	4
3. O PROCESSO _____	7
4. O PET _____	10
5. PROCESSO DE PRODUÇÃO _____	15
5.1 PROCESSO DE PRODUÇÃO COM 2 REACTORES _____	15
5.1.1 Carga _____	15
5.1.2 Esterificação _____	16
5.1.3 Transferência esterificador → autoclave _____	17
5.1.4 Polimerização _____	18
5.1.5 Extrusão e corte _____	19
5.2 PROCESSO DE PRODUÇÃO COM 3 REACTORES _____	22
5.2.1 Carga _____	22
5.2.2 Esterificação _____	22
5.2.3 Transferência esterificador → pré-poly _____	23
5.2.4 Pré-polimerização _____	24
5.2.5 Transferência pré-poly → autoclave _____	25
5.2.6 Polimerização _____	26
5.2.7 Extrusão e corte _____	27
6. COMPARAÇÃO ENTRE OS DOIS PROCESSOS _____	29
6.1 Condições (T, P e t) _____	29
6.2 Quantidade _____	32
6.3 Qualidade _____	34
6.4 Produtividade _____	35
6.5 Problemas _____	37
6.6 Vantagens/Desvantagens _____	40
7. BIBLIOGRAFIA _____	41
8. APÊNDICE _____	42

## **LISTA DE QUADROS e FIGURAS**

**Figura 1** – Reações de esterificação (I) e polimerização (II).

**Figura 2** – Estrutura do PET (politereftalato de etileno).

**Figura 3** – Unidade repetitiva do PET.

**Figura 4** – Depósito de pasta.

**Figura 5** – Esterificador do processo com dois reactores.

**Figura 6** – Autoclave e condensador de glicol.

**Figura 7** – Sistema de extrusão e corte.

**Figura 8** - Tremonha de armazenagem.

**Figura 9** – Esterificador do processo com três reactores.

**Figura 10** – a) Pré-poly e b) spray condensar com bomba de vácuo.

**Figura 11** – Bomba Viking.

**Figura 12** – Sistema de extrusão, corte, secagem e peneiro.

**Figura 13** – Extrusão.

**Figura 14** – Bomba MAAG acoplada.

**Tabela 1** – Parâmetros de carga da pasta.

**Tabela 2** – Parâmetros de esterificação.

**Tabela 3** – Parâmetros de pré-polimerização.

**Tabela 4** – Parâmetros de polimerização.

**Tabela 5** – Parâmetros de extrusão e corte.

**Tabela 6** – Tempo total, em média, de um ciclo de produção.

**Tabela 7** – Comparação entre a Linha 5 e as restantes, em média.

**Gráfico 1** – Produção de desperdícios da extrusora e grossos por linha em 2004.

**Gráfico 2** – Produção de polímero base total em 2004.

**Gráfico 3** – Produto não-conforme em 2004.

**Gráfico 4** – Produção de polímero base (produto conforme) em 2004.

**Gráfico 5** – Eficiência de cada linha de produção em 2004.

## **ABREVIATURAS**

MEG – monoetilenoglicol

TA – ácido tereftálico

IPA – ácido isoftálico

DEG – dietilenoglicol

PET – poli tereftalato de etileno

AA – acetaldeido

SSP – solid state polymerization

VI – viscosidade intrínseca

ETAR – estação de tratamento de águas residuais

## **1. A PRODUÇÃO DO PET À ESCALA INDUSTRIAL**

A descoberta do politereftalato de etileno (PET) veio revolucionar a indústria têxtil, uma vez que permite obter um produto sintético em substituição da lã, e a indústria de produção de embalagens para bebidas e alimentos (como é exemplo as garrafas de água e refrigerantes) em substituição do vidro, pois dá origem a um material mais leve e resistente.

O PET é um dos materiais plásticos mais versáteis que se conhecem. Permite fabricar embalagens nas mais diversas formas, cores e graus de transparência, para os produtos mais diversos. A sua pureza e brilho são muito apreciados por embaladores e consumidores finais. Conhecida e utilizada em todo o mundo, a embalagem PET tem um ciclo de vida completo e amigo do ambiente (já que é possível a sua reciclagem).

Da produção de PET total na Europa, cerca de 40% é usada directamente na indústria transformadora para embalagens, onde tem tido uma enorme aceitação. Tendo um potencial de crescimento de 10% ao ano até 2010 devido ao constante aperfeiçoamento do seu processo de fabrico.

## **2. A EMPRESA**

A Selenis – Indústria de Polímeros, S.A., situada em Portalegre, é uma empresa pertencente ao grupo Imatosgil que fornece matérias-primas às indústrias de embalagens e à indústria têxtil.

As instalações da Selenis são compostas por quatro unidades:

- Uma unidade de produção de polímero base constituída por sete linhas de policondensação “batch”, com capacidade de produção de 70 000 toneladas/ano.
- Uma unidade de produção de polímero PET por polimerização em fase sólida (SSP), com uma capacidade de produção de 70 000 toneladas/ano.



- Uma unidade de fiação (“melt”, “spinning”) constituída por quatro linhas de extrusão, com uma capacidade de produção de 25 000 toneladas/ano.
- Uma unidade de estiragem constituída por três bancas de estiragem, com capacidade de produção de cerca de 20 000 toneladas/ano.

E a partir destas unidades são fabricados os seguintes produtos:

→ Polímeros de politereftalato de etileno (poliéster): são os "polímeros base", quer para a produção de fibras de poliéster, quer para a produção de resina PET para embalagem.

→ Polímeros de poliéster PET para produção de embalagens e filmes semi-rígidos: são obtidos a partir do polímero base por um processo de polimerização em fase sólida (SSP).

→ Fibras de poliéster produzidas em três tipos principais: rama cortada (“staples”), cabo (“tow”) e penteado convertido (“tops”). Cada tipo é produzido em diferentes variedades, que se distinguem pelo comprimento do corte, finura, abertura, toque, cor e brilho.<sup>[1]</sup>

## **Historial**

- Fundada em 1964, como “joint venture” entre a ICI e o Grupo Fino, a Finicisa – Fibras Sintéticas SARL, iniciou a produção de fibras de poliéster em 1966, para fornecer as indústrias nacionais de lanifícios. A capacidade inicial de 4 500 ton/ano foi sucessivamente aumentada para abranger também as indústrias algodoceiras;

- Em 1976, a Finicisa iniciou a produção de polímero PET, passando para uma capacidade de 24 000 ton/ano, e mais tarde, em 1988, começou a produzir resinas PET;

- Em 1990, a Finicisa foi adquirida pela Hoechst Portuguesa, passando a designar-se por Hoechst Fibras, com a marca Trevira e iniciou a produção de pré-formas PET;

- Capacidade de produção de resina PET de 10 000 ton/ano em 1992, agora também com a marca “Polyclear”;

- Em 1994 a unidade fabril sofre uma reestruturação tendo aumentado as capacidades e melhoria dos processos de produção: polímero PET com 50 000 ton/ano, fibras com 25 000 ton/ano e resinas PET com 3 000 ton/ano;

- Certificação ISO 9002 em 1997;

- Em Novembro de 1998, passou a chamar-se Trevira Fibras;

- Em 1999, aumento da capacidade de produção de polímero PET com duas novas linhas em 15 000 ton/ano, passando a ter sete linhas de produção de polímero base;

- Em 2002, na sequência da aquisição pelo Grupo IMATOSGIL, assumiu a denominação actual: Selenis. Este passo implicou a alteração das marcas, que passaram de “Polyclear” e Trevira para Selenis PET e Selenis Wear;

- Aumento da capacidade de produção de polímero PET para 70 000 ton/ano em 2003, efectuou-se a transição da certificação pela ISO 9002 para o referencial ISO 9001 versão 2000, obteve-se a Licença Ambiental e início do Processo de Certificação Ambiental (ISO 14000);

- Em 2004, foi inaugurada a unidade de reciclagem: Selenis Ambiente. Implementação do projecto SAP nas áreas de produção e manutenção. Arrancou a produção de polímero base na linha 5 já ampliada com 3 reactores (após a instalação do pré-poly);<sup>[1]</sup>

- Com o aumento da capacidade de produção e expansão das várias áreas de negócio, em 2005, a Selenis passou a ser constituída por 5 empresas distintas: Selenis Ambiente, Selenis Energia, Selenis Fibras, Selenis Polímeros e Selenis Serviços;

- Em 2006 o Grupo IMATOSGIL reestruturou os negócios da Selenis na área do PET.

### 3. O PROCESSO

Como foi referido anteriormente, a Selenis possui uma unidade de produção de polímero base por policondensação em regime descontínuo (batch) – alvo desta dissertação.

Nesta unidade fabril existem sete linhas de produção com uma capacidade nominal de 70 000 toneladas/ano. Numa delas (a linha 5) o processo de produção é diferente, uma vez que é constituído por uma etapa intermédia entre a esterificação e a polimerização. Esta diferença é o objecto de comparação desta dissertação.

Aqui é produzido polímero base para diferentes destinos: pode ser usado para a produção de fibras têxteis ou para a produção de resinas PET (após sofrer uma última etapa de cristalização - polimerização em fase sólida).

O processo de produção geral de PET envolve um total de cinco etapas:

- Formação da pasta e carga;
- Esterificação;
- Polimerização;
- Extrusão e corte;
- Cristalização.

A primeira e a última etapa do processo são independentes das linhas descontínuas de produção de poliéster (a cristalização não é abordada neste estudo, pois interessa analisar apenas os dois processos até à produção de polímero base).

A pasta (“slurry”) é formada num depósito apropriado para o efeito, com capacidade para 16.5 m<sup>3</sup>, onde são misturadas as matérias-primas constituintes do polímero base (TA, MEG e IPA) obtendo-se uma densidade de cerca de 1.37 g/cm<sup>3</sup>. A temperatura da pasta é mantida a cerca de 70 °C por intermédio de serpentinas de vapor.

A principal matéria-prima é o ácido tereftálico (TA) (67.6% da pasta) que chega em sacos de 1 ton ou em camiões com 23.5 ton. É descarregado em dois silos, com 350 ton cada, através de um sistema constituído por sistemas de bombagem por gás comprimido (“blow eggs”) com capacidade de 1 tonelada, os quais fazem o transporte por arrasto com azoto gasoso tanto para os silos como posteriormente para a tremonha de TA, a uma pressão de 100 psi e à temperatura ambiente. A tremonha possui uma capacidade de 7.5 ton que alimenta o depósito de pasta por um sistema de dosagem “Ktron” (parafuso sem-fim que debita um caudal de 7 000 kg/h).

O monoetilenoglicol (com 1.5% de água, após a mistura com glicol recuperado) constitui 30.8% da pasta. É transportado em camiões cisterna com, aproximadamente, 24 ton. É descarregado nos tanques de armazenagem de glicol (A e C), quer por intermédio de uma das bombas do camião, quer por intermédio da bomba de glicol do sistema. Por sua vez, é bombeado para o depósito de preparação de pasta (sendo aquecido a uma temperatura de 80 °C antes de entrar no depósito de pasta. O caudal de entrada no depósito é de 3190 kg/h) ou para preparação de aditivos. O glicol recuperado é recolhido num tanque de armazenagem (B), é misturado com glicol novo e é usado novamente como matéria-prima para a pasta.

Constituindo apenas 1.6 a 2%, no máximo, da pasta, o ácido isoftálico reduz a cristalização e faz baixar o ponto de fusão para uma mesma viscosidade. O ácido isoftálico chega em sacos de uma tonelada e depois de descarregado é transportado para uma tremonha de alimentação ao sistema de doseamento e depois para o depósito de pasta por um sistema de dosagem "Schenck" (parafuso sem-fim que debita 165.2 kg/h).

As soluções de aditivos (*masterbatches*) usados na produção de polímero base são preparadas na sala de preparação de aditivos (no Apêndice I encontram-se as folhas de especificação de cada aditivo).

A partir do depósito de pasta, cada uma das sete linhas é alimentada por um sistema em anel, onde a circulação da pasta é constante (garantida por duas bombas) para não solidificar e obstruir os tubos de alimentação dos esterificadores. Com este sistema é possível carregar os sete esterificadores ao mesmo tempo, sendo a contagem efectuada por um caudalímetro situado à entrada de cada esterificador.

O reactor de esterificação é pressurizado e aquecido antes da pasta ser injectada, para que não entre ar durante o carregamento e se desencadeie a reacção de esterificação com eliminação de água.

Finda a esterificação, o monómero é transferido para a autoclave para se proceder à polimerização em vácuo e a uma temperatura superior à de esterificação. Com a polimerização, o glicol em excesso é eliminado e a viscosidade do polímero aumenta.

Depois de se atingir a viscosidade pretendida, o polímero está em condições de ser extrudido e cortado. A autoclave é pressurizada com azoto e o polímero é extrudido através de uma fieira, arrefecido com água e cortado em grão.

Em seguida, passa por um secador onde é separada a água, entra num peneiro e segue para uma tremonha de armazenagem onde aguarda o seu destino consoante o resultado das

análises laboratoriais efectuadas a uma amostra recolhida durante a extrusão por um colaborador, cerca de cinco minutos após o início desta etapa.

Caso o polímero base esteja em conformidade, este é transportado para novos silos de armazenagem e, posteriormente, encaminhado para uma unidade de polimerização em estado sólido (SSP) contínua ou descontínua (constituída por dois pré-cristalizadores e cinco reactores rotativos de policondensação no estado sólido) ou, então, encaminhado para a produção de fibras têxteis. No caso de ser não-conforme é enviado para depósitos designados por “*eurobines*”.

O PET resultante do processo SSP é armazenado e depois descarregado em camiões cisternas ou sacos de uma tonelada para ser distribuído aos clientes.

Uma grande vantagem do PET para embalagens é o facto de este poder ser reciclado. Na Selenis há uma unidade de reciclagem – Selenis Ambiente – onde as embalagens são separadas, lavadas, estilhaçadas, extrudidas e reduzidas a grão (“pellets”). O regranulado é depois misturado com o polímero-base de acordo com normas internacionais. A capacidade desta unidade é de 7 000 ton/ano.

#### 4. O PET

O politereftalato de etileno é o membro mais importante da família dos poliésteres, grupo de polímeros descoberto na década de 1930 por W.H. Carothers, da Du Pont e que, há mais de 40 anos, tem vindo a ser utilizado nos mais variados sectores de actividade, desde fibras têxteis a recipientes para bebidas gaseificadas, passando por filmes para fotografia, embalagens e componentes de automóveis. Em geral, o politereftalato de etileno é conhecido como poliéster, e no segmento de embalagens, como PET.

No final da década de 70, o uso do politereftalato de etileno apresentou um notável crescimento devido principalmente à sua utilização na produção de garrafas para refrigerantes. As primeiras garrafas de PET foram fabricadas nos EUA em 1977.

Actualmente, há grande expectativa de crescimento de utilização da resina PET devido a um maior grau de penetração em mercados supridos hoje por produtos substitutos. <sup>[4]</sup>

A principal diferença entre os tipos de politereftalato de etileno reside no peso molecular ou grau de polimerização que dá origem a diferentes propriedades dos materiais resultantes. Quanto maior o peso molecular, maior a resistência mecânica, química e térmica do politereftalato de etileno.

O peso molecular do politereftalato de etileno, por outro lado, é medido e expresso indirectamente, através dos valores de viscosidade intrínseca (VI), numa relação de proporcionalidade directa. Quanto maior a VI, maior o peso molecular da resina.

Os vários tipos de politereftalato de etileno podem ser classificados em dois grandes grupos principais:

- Politereftalato de etileno de baixa VI (inferior a 0,7 ml/g), usado para produção de fibras e filmes;
- Politereftalato de etileno de alta VI (acima de 0,7 ml/g), utilizado para produção de chapas, embalagens sopradas (frascos, garrafas) e plásticos de engenharia.

O PET (Politereftalato de Etileno) é um polímero sintético produzido a partir de um ácido e de um álcool segundo as seguintes reacções:

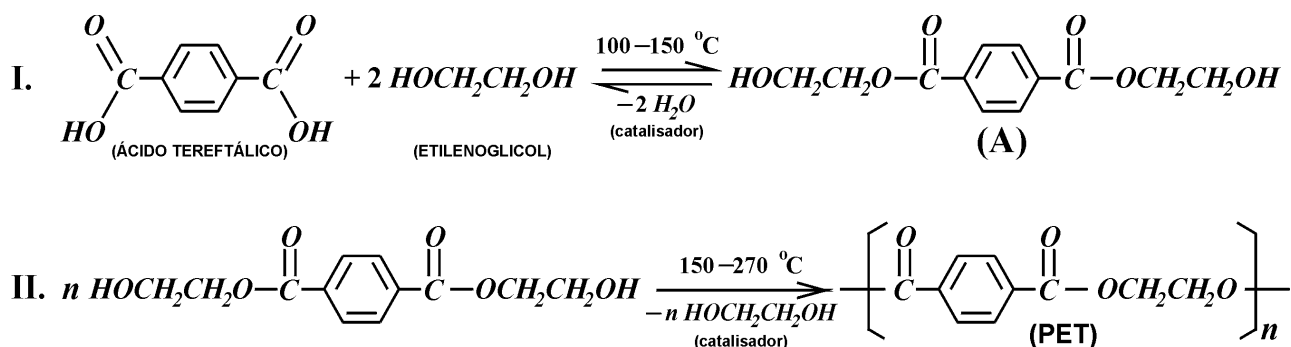


Figura 1 – Reacções de esterificação (I) e polimerização (II). [2]

Na reacção I, o ácido tereftálico reage com o etilenoglicol dando origem ao monómero **A** (bis-hidroxietiltereftalato) composto por três grupos funcionais: um éster, um álcool e um hidrocarboneto aromático – reacção de esterificação – e há libertação de moléculas de água.

É uma reacção em equilíbrio. Segundo o princípio de Le Chatelier, o equilíbrio pode ser deslocado no sentido da formação do composto **A** aumentando a concentração dos reagentes. Assim, o excesso de etilenoglicol permite que todo o ácido tereftálico seja convertido em **A** e tem a vantagem de ser reutilizado.

Na reacção II, o composto **A** sofre uma reacção de polimerização com libertação do glicol, dando origem ao poliéster amorfo (transparente) com propriedades – rigidez e fragilidade – semelhantes às do vidro.

Por último, o poliéster amorfo (transparente) é cristalizado originando assim o polímero PET opaco, que apresenta um alinhamento das suas cadeias umas em relação às outras e cuja estrutura está representada nas figuras seguintes:

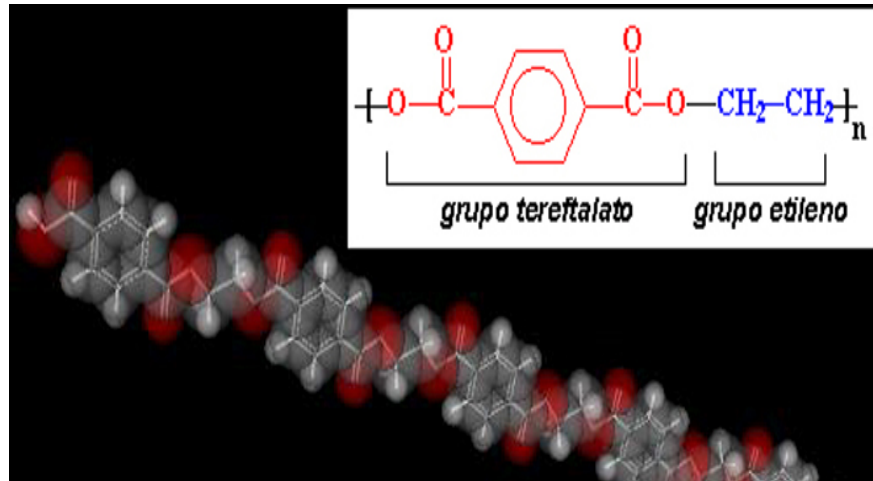


Figura 2 – Estrutura do PET (politereftalato de etileno). [3]

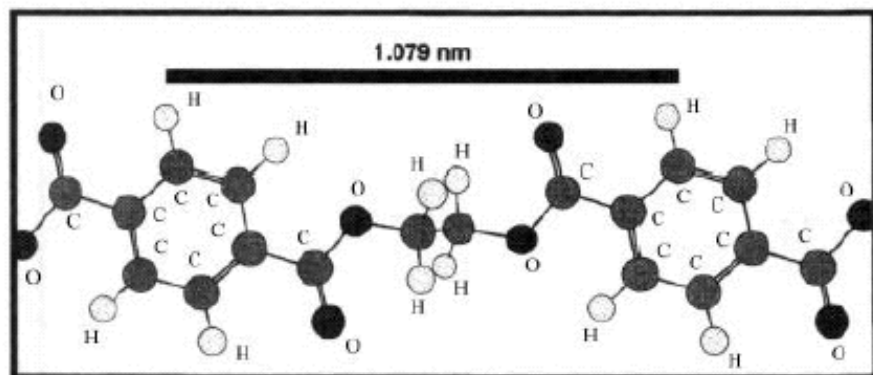


Figura 3 – Unidade repetitiva do PET. [5]



## Propriedades do PET

- Propriedades básicas:
  - Aparência: branco (opaco);
  - Densidade cristalino: 1,41 g/cm<sup>3</sup>;
  - Absorção de água: 0,15 %;
  - Acetaldeído < 1,5 ppm
  - Barreira a determinados gases (CO<sub>2</sub>).
  
- Propriedades mecânicas:
  - Módulo de Young: 2,7 GPa (máx = 3,00; min = 2,47);
  - Tensão de cedência: 55 MPa (max = 57; min = 50);
  - Alongamento à ruptura: 125 % (max = 350; min = 50);
  - Tensão de cedência sob flexão: 80 MPa;
  - Tensão de cedência sob compressão: 90 MPa.
  
- Propriedades térmicas:
  - Temperatura de fusão: 250 °C;
  - Temperatura de transição vítrea: 77 °C;
  - Condutibilidade térmica: 0,2 W/m K;
  - Temperatura de processamento: 285 °C (máx=300; min=280).

Uma característica importante, no que diz respeito à estrutura de um material polimérico, é a sua cristalinidade. A cristalinidade de um polímero é determinada pela forma das suas moléculas, simetria, ramificação, rigidez, regularidade e pelos parâmetros de processamento. Normalmente, esta é superior a 50 %. <sup>[6]</sup>

## **Aplicações do PET**

O PET tem as mais variadas aplicações desde a indústria alimentar à automóvel, passando pela têxtil ou até mesmo decorativa devido a um conjunto de propriedades.

### ➤ **Indústria alimentar:**

- Garrafas indeformáveis com e sem gás;
- Garrafas para óleos alimentares;
- Embalagens para alimentos (ex: para ovos);
- Sacos.

### ➤ **Indústria têxtil:**

- Enchimento de almofada e edredão;
- Gorros e cachecóis;
- Panos para limpar vidros;
- Roupa interior.

### ➤ **Indústria automóvel:**

- Bancos;
- Isolamento acústico;
- Chapas para matrículas.

### ➤ **Indústria desportiva:**

- Fios para canas de pesca;
- Redes de pesca.

**Outros:**

- Placas de expositores;
- Tubos de ensaio;
- Embalagens domésticas (ex: para detergentes).<sup>[1]</sup>

**5. PROCESSO DE PRODUÇÃO**

Seguidamente, são descritos os processos de produção em fase líquida de polímero base – tipo RT41 usados, essencialmente, na produção de Polímero PET para embalagens. O polímero base usado para o fabrico de fibras têxteis sofre um processo idêntico, em condições de processamento bastante semelhantes (para fibra têxtil branca – polímero base tipo T431 e T405; e para fibra têxtil preta – polímero base tipo B413).

**5.1 PROCESSO DE PRODUÇÃO COM 2 REACTORES****5.1.1 Carga**

Quando é dada ordem de carregamento no esterificador, é aberta a válvula de carga, mas a pasta continua em circulação no anel, permitindo que outro(s) esterificador(es) possa ser carregado ao mesmo tempo.

À medida que a pasta entra no reactor está a ser contabilizada por um caudalímetro que dá ordem de fecho da válvula quando atinge a quantidade pretendida (valor pré-definido no sistema). Este processo dura entre 70 a 80 min e são carregados, cerca de 3.9 toneladas de pasta.

Durante a carga de pasta, a temperatura do óleo fluído térmico que circula nas serpentinas de aquecimento varia de linha para linha, mas pode admitir-se um valor próximo dos 290 °C de modo a que a carga no interior do reactor atinja os 230 °C.

O caudal de pasta influencia a temperatura da mesma durante a carga e pretende-se que baixe o menos possível. Contudo, a carga demora 25 min a chegar até à temperatura pretendida.

Finalizada a carga de pasta no esterificador, é feita uma lavagem (“flushing”) do caudalímetro com glicol para evitar que se concentrem depósitos de pasta que ao solidificar, possam bloquear o mesmo.



**Figura 4** – Depósito de pasta.

### **5.1.2 Esterificação**

O reactor de esterificação (com capacidade para  $6.82\text{m}^3$ ) é constituído por um agitador com motor (rodam à velocidade constante de 131 e 1 450 rpm, respectivamente) e um sistema de aquecimento no seu interior por onde circula um fluído térmico previamente aquecido.

Com o início da carga, o esterificador é aquecido e pressurizado a 2.8 bar.

Logo após o início da carga, são-lhe adicionados dois aditivos (acetato de cobalto e Vertec AC420) seguido de um catalizador (tri-óxido de antimónio – para acelerar a reacção) 5 a 10 min depois, previamente preparados.

Após o final da carga é aplicada uma rampa de aquecimento. A temperatura do fluído térmico sobe dos  $290\text{ }^{\circ}\text{C}$  para os  $315\text{ }^{\circ}\text{C}$  em cerca de 3300 segundos. A temperatura da carga atinge os  $265\text{ }^{\circ}\text{C}$ , onde se mantém o tempo suficiente até que a esterificação seja concluída. (nota: estas temperaturas e tempos de rampa são ajustados de linha para linha).

Durante a reacção de esterificação ocorre a formação de água, que é eliminada. O processo de eliminação considera-se terminado quando é colectada pelo menos 90% de água que corresponde a 540 litros de destilado.

A extracção do vapor de água faz-se através da coluna de esterificação ( $h=4\text{m}$  e  $40\text{cm}$  de diâmetro). O controlo desta é feito a partir da temperatura do topo da coluna, que durante a esterificação se mantém nos  $144\text{ }^{\circ}\text{C}$  por refluxo desde o depósito de condensados através de uma válvula de controlo. Quando a temperatura no topo começa a diminuir e a temperatura da base a subir, é sinal que a destilação terminou (caso haja um descontrolo no início da esterificação, isto é,

em que a água destilada contenha glicol em excesso no depósito de condensados, faz-se o processo inverso, adiciona-se mais glicol e inicia-se nova esterificação).

A coluna de esterificação encontra-se ligada a um condensador de esterificação (com  $6.5 \text{ m}^3$  de capacidade) que faz passar o vapor destilado para o estado líquido. Este, por sua vez, está ligado ao depósito de condensados vertical ( $h=1.2$  metros e 90 cm de diâmetro) onde é colectada a água (até um máximo de 95%), e algum glicol arrastado (2%), devido ao muito próximo ponto de ebulição de ambos. O depósito de condensados é isolado e esvaziado, não totalmente, em 3 min, deixando cerca de 35% da sua capacidade com o condensado para melhor controlo na oscilação da temperatura do topo da coluna de destilação.

Assim, o sistema está pronto para iniciar a operação de transferência.

Enquanto a carga espera pelo início da transferência, adiciona-se o estabilizador (ácido fosfórico – melhora a estabilidade térmica) que só vai ter influência já na polimerização.

A água resultante do processo de esterificação é tratada na ETAR.

Um ciclo de esterificação, desde o início da carga até estar pronto para a transferência, tem a duração de 140 a 150 min.



**Figura 5** – Esterificador do processo com dois reactores.

### **5.1.3 Transferência esterificador → autoclave**

A transferência de monómero do esterificador para a autoclave é feita através da pressurização do esterificador com azoto. Mas antes, iguala-se a pressão em ambos os reactores, o agitador do esterificador pára, abre-se a válvula de ventilação da autoclave e dá-se início à transferência abrindo as válvulas de transferência.

Na linha de transferência encontra-se um filtro de monómero para reter as impurezas do monómero.

A transferência de uma carga de 3.3 ton demora, sensivelmente, 5 min e efectua-se ao longo de uma tubagem com uma camisa aquecida a 270 °C.

Termina quando se observa uma queda de pressão no esterificador e uma diminuição da temperatura da carga. As válvulas de transferência e de fornecimento de azoto são fechadas, ficando este pronto para dar início a uma nova carga.

#### **5.1.4 Polimerização**

O reactor de polimerização – autoclave – é constituído por um agitador com motor e um sistema de aquecimento por serpentinas. A capacidade é de 5.45 m<sup>3</sup>.

Quando se inicia a transferência de monómero, o agitador é colocado à velocidade máxima (50 rpm, correspondentes a uma velocidade do motor de 1 800 rpm), e assim que termina, inicia-se a despressurização da autoclave de forma a ter-se vácuo (P=1 mbar).

O vácuo é essencial nesta fase, uma vez que promove o choque entre as partículas, diminuindo o tempo de residência, e facilita a eliminação do glicol. É aplicado por meio de um ejector que abre totalmente no início e vai fechando progressivamente. O ar é expelido através do sistema de ventilação do ejector. Os ejectores estão ligados, por tubos submersos em água, ao tanque barométrico (capacidade para 0.62 m<sup>3</sup>), garantindo assim que não entra ar.

A carga entra na autoclave com uma temperatura inferior à necessária para que se dê a reacção, portanto é necessário aquece-la por intermédio do fluido térmico. Até a carga atingir os 290 °C, o fluido térmico que circula nas serpentinas exteriores da autoclave é aquecido a 340 °C. Normalmente, este aquecimento demora 35 a 40 min.

Uma vez que a carga se encontra à temperatura de polimerização já não é necessário o seu aquecimento, até porque a reacção é exotérmica e a própria velocidade de rotação do agitador gera calor, o que faz subir a sua temperatura. Através de um controlador, este faz variar a temperatura do fluido térmico pelos 235-240°C em função da temperatura da carga, para que esta se mantenha a 290°C, fazendo-o passar por um arrefecedor.

Durante a polimerização o glicol é destilado. Os vapores passam da autoclave para o condensador de glicol (tubo vertical com  $h=240$  cm e capacidade de  $79.7$  m<sup>3</sup>), que está ligado pela base a um *seal-pot* (depósito de glicol condensado de  $0.7$  m<sup>3</sup>) onde são recolhidos 140 a 160 litros de glicol condensado. Este, por sua vez, está ligado ao tanque de armazenagem de glicol recuperado.

À medida que a polimerização avança, a viscosidade do polímero aumenta e a potência necessária para rodar o agitador aumenta. Quando esta atinge um valor máximo específico, a velocidade do agitador reduz.

A polimerização dá-se por terminada quando se atinge o valor de viscosidade do polímero desejada. Existe uma relação entre a velocidade de rotação do agitador, o binário e a potência; quando esta última atinge um valor pré-determinado a velocidade do motor (referência) baixa até um certo valor (705 a 770 rpm, depende da linha de produção). Para este valor, o poliéster possui um peso molecular aproximadamente de 22 000 g/mol (com 113 repetições), o agitador pára e a autoclave é pressurizada com azoto para repor a pressão necessária para a fase seguinte.

O ciclo de polimerização tem a duração de 120-130 min.



**Figura 6** – Autoclave e condensador de glicol.

### **5.1.5 Extrusão e corte**

Na fase de extrusão e corte, o controlo passa para o operador no local.

Já com a autoclave pressurizada, o operador coloca em funcionamento o cortador, o sistema de refrigeração de água, o secador e o motor do peneiro.

Quando as condições de extrusão se verificam, abre-se a válvula de extrusão e o polímero é descarregado da autoclave através de uma fieira de 60 furos com 8 mm de diâmetro cada, sob a forma de filamentos (“esparguete”) paralelos. Antes da fieira, existe uma grelha com função de filtro e distribuidor.

É usual o operador destapar a fieira, limpar com uma raspadeira e abrir um pouco a válvula de extrusão para sair o polímero inicial que se apresenta um pouco degradado (que forma o desperdício da extrusora) e quando tiver saído todo esse material, a válvula é fechada, a fieira limpa novamente e dá-se então início à extrusão propriamente dita.

Através de um sistema de circulação de fluido térmico, o conjunto distribuidor e fieira é mantido a 290 °C.

Os filamentos ao atravessar a rampa de extrusão são transportados por uma corrente de água (a 20 °C) até ao cortador. É, também, pulverizada água na parte de cima da rampa para que o arrefecimento seja uniforme e os filamentos não se “colem” uns aos outros.

Já no estado sólido, os filamentos são cortados onde, por acção de um rolo de facas móveis actuando contra facas fixas, são transformados em “pellets” (grânulos) com dimensões controladas (pois alterando a velocidade de transporte e/ou a velocidade de corte, é possível controlar o tamanho de grão pretendido).

Em seguida, passa por um sistema de secagem mecanizada onde é separada a água do polímero (a água arrasta as poeiras do polímero). O polímero seco entra num peneiro onde são separados os “grossos” e segue para uma tremonha de armazenagem onde aguarda o seu destino consoante o resultado das análises laboratoriais efectuadas a uma amostra recolhida 10 a 15 min após o começo da extrusão.

O final da extrusão e corte acontece quando começa a sair azoto pela fieira, a rampa é recolhida e fecha-se a válvula de extrusão.

Depois de todo o polímero passar pelas várias fases desta etapa, todo o equipamento é desligado e limpo para novo ciclo.

A etapa de extrusão e corte não leva mais do que 35 min (depende directamente da quantidade extrudida, obtendo-se em média 3 210 kg de polímero base).

Condições de extrusão e corte:

⇒ Sistema de água:

- ❖ Caudal na rampa = 25 m<sup>3</sup>/h
- ❖ Caudal no spray = 5 m<sup>3</sup>/h
- ❖ Caudal no transportador = 8 m<sup>3</sup>/h



⇒ Velocidade cortador = 190 m/min

⇒ Pressão = 2 bar



**Figura 7** – Sistema de extrusão e corte.



**Figura 8** – Tremonha de armazenagem.

Nota: A água usada para transporte e arrefecimento do polímero (água de extrusão) é constantemente reaproveitada, através de um sistema de recolha e arrefecimento, para etapas seguintes.

## 5.2 PROCESSO DE PRODUÇÃO COM 3 REACTORES

### 5.2.1 Carga

O sistema de carga é semelhante ao processo anterior, visto que a proveniência é a mesma.

Durante a carga de pasta, a temperatura do fluido térmico que circula nas serpentinas de aquecimento é de 309 °C de modo a que a carga no interior do reactor atinja os 250 °C.

Quanto maior for o caudal de pasta, maior será a descida da temperatura da mesma durante a carga. Contudo, neste caso, a temperatura da carga não varia significativamente uma vez que é deixado um lastro de monómero (cerca de 1/3 da capacidade do reactor) no interior do esterificador da carga anterior que permite tempos de carga inferiores (apenas 69 min, correspondendo a 3 882 kg de pasta).

Finalizada a carga de pasta no esterificador, é também feita uma lavagem (“flushing”) do caudalímetro com glicol para evitar bloqueamentos.

### 5.2.2 Esterificação

O esterificador, semelhante fisicamente aos restantes esterificadores mas com capacidade para 9.6 m<sup>3</sup>, possui duas “deep legs” (um tubo no interior para efectuar a normal transferência de monómero e um segundo, mais abaixo, para o caso de se pretender esvaziar por completo o reactor).

Antes do início da carga, o esterificador é aquecido (para manter a carga a 250 °C através de um controlador) e pressão é mantida a 2.4 bar (através de uma válvula de controlo localizada entre o condensador e o depósito de condensados).

Ao finalizar a carga da pasta, a sua temperatura sobe até aos 257 °C em 1200 seg, podendo atingir os 260 °C, no máximo.

Logo após o início da carga, são-lhe adicionados dois aditivos (acetato de cobalto e Vertec AC420) seguido de um catalizador (trióxido de antimónio – para acelerar a reacção) 5 a 10 min depois, previamente preparados, tal como anteriormente.

Chegada à temperatura máxima, a esterificação prolonga-se (mais 15 min), isto é, a primeira fase da esterificação (E1) fica completa quando for colectada cerca de 89% de água correspondendo a 540 litros (pois fica um lastro de 29 %).

O processo de extracção, condensação, colecta e tratamento é semelhante ao processo anterior, mas neste caso, a temperatura do topo da coluna de destilação é inferior, isto é, controlado para 139 °C por um mecanismo de refluxo idêntico ao anterior.

Um ciclo de esterificação, desde o início da carga até estar pronto para a transferência, tem a duração de 90 a 100 minutos.



**Figura 9** – Esterificador do processo com três reactores.

### **5.2.3 Transferência esterificador → pré-poly**

O princípio de funcionamento de transferência de monómero é o mesmo que no processo com 2 reactores, mas neste caso, a transferência acontece do esterificador para o pré-poly. A transferência demora 5 minutos.

#### 5.2.4 Pré-polimerização

O pré-poly é um reactor de transição semelhante aos esterificadores das outras linhas de produção, ou seja, com uma capacidade de 6.82 m<sup>3</sup>.

Para além do pré-poly existe também uma bomba Viking (promove a recirculação da mistura), uma coluna de destilação, um condensador, um depósito de condensados, um “spray condenser” e uma bomba de vácuo.

No pré-poly é realizada a segunda fase da esterificação (E2) e a primeira fase da polimerização (P1). Duas fases distintas com condições de processamento díspares.

A E2 é feita com fluido térmico, inicialmente, a 280 °C e sob uma pressão de 1 bar. O controlo é feito de igual modo ao da esterificação, estando a temperatura do topo da coluna de destilação a cerca de 125 °C e a temperatura da carga situa-se pelos 255 °C.

Durante os 25 min de destilação (tempo pré-definido), a temperatura da carga ronda os 260 °C, com fluido térmico a 280 °C, a fim de completar a destilação de água ainda existente no monómero. Os passos seguintes à destilação são semelhantes à esterificação.

Concluída E2, adiciona-se um estabilizador (ácido fosfórico) e isola-se o pré-poly da coluna de destilação.

Inicia-se a P1 com uma rampa de aquecimento da carga dos 260 aos 287 °C (esta temperatura é obtida com um aquecimento de fluido térmico, desde os 280 °C até aos 325 °C).

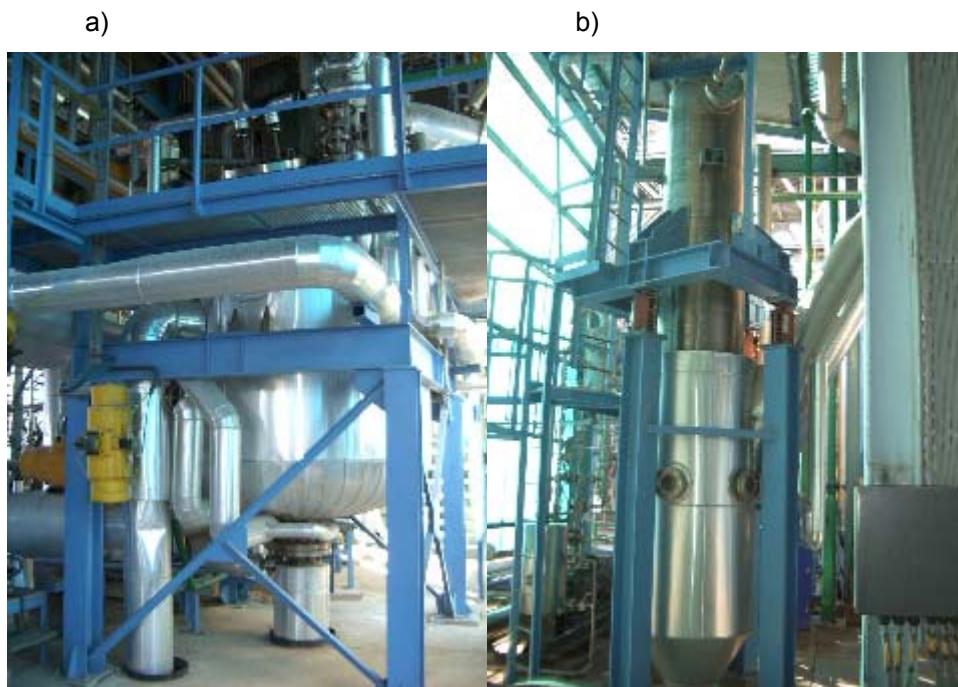
Para tal, é necessário vácuo no reactor e eliminação de glicol, que são conseguidos através do “spray condenser” e por uma bomba de vácuo.

O vácuo é feito pela aplicação sucessiva de quatro rampas graduais (310, 170, 60 e 5 mbar) e a temperatura da carga é de 290 °C (atingida esta temperatura, fecha-se a válvula do fluido térmico, baixando gradualmente ao longo da P1 até aos 280°C).

O glicol é destilado para o “spray condenser” que possui quatro entradas de pulverização de glicol líquido que condensa o destilado.

Ao fim de 65 a 70 min está concluída a P1 e a carga está pronta para ser transferida para a autoclave.

O ciclo total de pré-polimerização tem a duração de 90 a 100 minutos.



**Figura 10** – a) Pré-poly e b) Spray condenser com bomba de vácuo.



**Figura 11** – Bomba Viking.

### **5.2.5 Transferência pré-poly → autoclave**

A transferência de monómero do pré-poly para a autoclave, também, é feita através da bomba Viking e demora 15 min, pois o pré-polímero já se encontra num estado mais viscoso. É mantido o vácuo da P1 para a autoclave.

As referências de fim de transferência normal são: o tempo de parâmetro e a estabilização temporária da temperatura na autoclave após a descida verificada durante a transferência, e o valor da pressão à saída da bomba Viking.

### **5.2.6 Polimerização**

A autoclave possui as mesmas características que as restantes e aquando da transferência do pré-polímero, já se encontra em vácuo ( $P=1$  mbar) e a uma temperatura de 275 °C dando início à segunda fase de polimerização (P2).

A etapa de polimerização é feita com recirculação constante do polímero através do recurso à bomba MAAG.

O agitador da autoclave arranca passados 3 min após o início da transferência e a potência necessária para mover o agitador é sujeita a uma rampa até atingir um máximo pré-determinado (velocidade do motor a 1 800 rpm).

Durante a transferência, a temperatura da carga pode baixar um pouco dos 290 °C pretendidos para esta etapa, sendo portanto necessário um aquecimento da autoclave com fluido térmico (a temperatura poderá subir até aos 340 °C caso a temperatura da carga seja bastante inferior a 290 °C. O ajuste é feito por um controlador).

Terminada a transferência, já o agitador se encontra em velocidade máxima, ou seja, gera calor. Portanto, tal como anteriormente, já não há necessidade de manter o reactor a uma temperatura tão elevada, baixando a temperatura do fluido térmico para 230 °C.

Nos cerca de 60 min de polimerização, são destilados 140 litros de glicol através do condensador de glicol, que condensa para o “seal-pot” e é depois enviado para o tanque de armazenagem de glicol recuperado.

O condensador da autoclave dispõe de um sistema de lavagem com etileno glicol quente (“Hot EG”). Este sistema é constituído por um circuito em que o etileno glicol é mantido a cerca de 150 °C através da passagem por um permutador de calor. A lavagem é realizada periodicamente (durante a extrusão) de forma a evitar bloqueamentos nos tubos do condensador de glicol e assegurar a sua eficiência.

Quando a velocidade do motor atinge as 710 rpm (resultante de uma queda de potência a uma velocidade de 0.5 Kw/100 rpm com o aumento da viscosidade do polímero), considera-se por terminada a polimerização e passa-se para a etapa seguinte.

A camisa superior da autoclave, a linha de recirculação do polímero, a curva de ligação da autoclave ao condensador e a válvula de extrusão, são mantidas permanentemente a 285 °C por meio de um sistema separado de circulação de fluido térmico (circuito da linha de recirculação).

O ciclo da segunda fase de polimerização demora 60 minutos.

### 5.2.7 Extrusão e corte

Na fase de extrusão e corte, o controlo passa para o operador no local que coloca em funcionamento o cortador, o sistema de refrigeração de água, o secador e o peneiro.

Mantendo o vácuo existente na autoclave e o fluido térmico a 270 °C, abre-se a válvula de extrusão e o polímero é descarregado, recorrendo à bomba MAAG, através de uma fieira de 60 furos com 8 mm de diâmetro cada, sob a forma de filamentos (“esparquete”) paralelos.

Durante a extrusão o polímero continua em circulação, o que faz com que a reacção de polimerização se prolongue durante esta etapa.

O processo de transporte, arrefecimento, corte, e secagem é igual ao anterior, pois o equipamento é idêntico.

Na fase de selecção do tamanho do grão, isto é, no peneiro, para além dos “grossos” são também separados os “finos”. Os grãos com o tamanho desejado seguem para uma tremonha de armazenagem, onde à semelhança do processo anterior, aguardam o seu destino consoante o resultado das análises laboratoriais efectuadas a uma amostra recolhida 10 a 15 min após o começo da extrusão.

Em condições normais, a etapa de extrusão e corte tem a duração de 30 minutos nos quais são obtidos cerca de 3 200 kg de polímero base.

Condições de extrusão e corte:

⇒ Sistema de água:

- ❖ Caudal na rampa = 23 m<sup>3</sup>/h
- ❖ Caudal no spray = 5 m<sup>3</sup>/h
- ❖ Caudal no transportador = 12 m<sup>3</sup>/h

⇒ Velocidade cortador = 242 m/min.





**Figura 12** – Sistema de extrusão, corte, secagem e peneiro.



**Figura 13** – Extrusão.



**Figura 14** – Bomba MAAG acoplada.



No Apêndice III e V encontram-se as curvas típicas de cada etapa, para o processo com dois e três reactores, respectivamente.

## 6. COMPARAÇÃO ENTRE OS DOIS PROCESSOS

### 6.1 Condições (T, P e t)

Em seguida, encontram-se representados, em tabelas, os parâmetros principais do processo com 2 reactores vs 3 reactores (Linha 5) resultantes do estudo:

⇒ Carga

	<b>2 Reactores</b>	<b>3 Reactores</b>
<b>Caudal (kg/h)</b>	3 000	3 500
<b>T Carga (°C)</b>	255-90-230	250
<b>T Fluido térmico (°C)</b>	290	309
<b>t Carga (min)</b>	78	69

**Tabela 1** – Parâmetros de carga da pasta.

É facilmente perceptível que é necessário menos tempo para efectuar uma carga no esterificador da Linha 5 do que nos restantes, pois para além da temperatura do fluido térmico ser um pouco mais alta, o facto de existir um lastro de monómero facilita consideravelmente o aquecimento da pasta durante a carga, não se observando sequer uma diminuição da sua temperatura dentro do esterificador. O sistema é mais eficiente. O mesmo já não se pode dizer em relação ao processo com 2 reactores, pois verifica-se uma descida da temperatura da carga para 90 °C e só depois a subida até aos 230 °C.

⇒ Esterificação

	<b>2 Reactores</b>	<b>3 Reactores</b>
<b>Pressão (bar)</b>	2,8	2,4
<b>T Carga (°C)</b>	230-265	250-257
<b>T Fluido térmico (°C)</b>	290-315	309
<b>t Esterificação (min)</b>	150	95
<b>t Transferência (min)</b>	5	5

**Tabela 2** – Parâmetros de esterificação.

A grande diferença desta etapa reside no facto da temperatura de processamento da carga ser atingida mais rapidamente no processo com 3 reactores, o que garante um menor tempo de esterificação a uma pressão mais baixa.

⇒ Pré-polimerização

	<b>2 Reactores</b>	<b>3 Reactores</b>
<b>Pressão E2 (bar)</b>	-	1
<b>T Carga E2 (°C)</b>	-	260
<b>T Fluido térmico E2 (°C)</b>	-	280
<b>t E2 (min)</b>	-	25
<b>Pressão P1 (mbar)</b>	-	4 rampas
<b>T Carga P1 (°C)</b>	-	260-287
<b>T Fluido térmico P1 (°C)</b>	-	280-325
<b>t P1 (min)</b>	-	65
<b>t Pré-poly (min)</b>	-	90
<b>t Transferência (min)</b>	-	15

**Tabela 3** – Parâmetros de pré-polimerização.

Tal como já foi referido, esta etapa apenas diz respeito ao processo com 3 reactores da Linha 5, não havendo meio de comparação. Pode-se apenas salientar que as condições aplicadas no pré-poly são, relativamente, semelhantes às condições aplicadas separadamente no esterificador e autoclave.

As 4 rampas de pressão da P1 são descritas no processo de produção.

⇒ Polimerização

	<b>2 Reactores</b>	<b>3 Reactores</b>
<b>Pressão (mbar)</b>	1	1
<b>T Carga (°C)</b>	290	290
<b>T Fluido térmico (°C)</b>	340-235	270-230
<b>t Polimerização (min)</b>	130	65

**Tabela 4** – Parâmetros de polimerização.

Na etapa de polimerização, no que diz respeito aos parâmetros do processo, estes são bastante similares, embora o tempo do ciclo para 3 reactores ser brutalmente mais pequeno. Isto é explicado pela pré-polimerização já efectuada durante a P1 no pré-poly, o pré-polímero chega à autoclave num já avançado estado de polimerização.

⇒ Extrusão e corte

	<b>2 Reactores</b>	<b>3 Reactores</b>
<b>Pressão (bar)</b>	2,0	MAAG
<b>T Carga (°C)</b>	290	290
<b>T Fluido térmico (°C)</b>	270	270
<b>Vel. Corte (m/min)</b>	190	242
<b>t Extrusão (min)</b>	35	30

**Tabela 5** – Parâmetros de extrusão e corte.

A etapa de extrusão e corte da Linha 5 é um pouco facilitada pela utilização da bomba MAAG (a pressão exercida pela bomba é cerca de 3 bar), consegue-se maior velocidade de transporte do polímero, então a velocidade do cortador também terá que ser superior para manter o tamanho de grão desejado.

Se não houver problemas de funcionamento da bomba MAAG, consegue-se reduzir, em média, 5 minutos nesta etapa.

No processo com 3 reactores o tempo de ciclo total de uma carga (contando com o tempo de transferências) é de 300 min contra os 320 min, em média, no processo com 2 reactores:

	<b>2 Reactores</b>	<b>3 Reactores</b>
<b>Tempo Total do Ciclo</b>	320 min.	300 min.

**Tabela 6** – Tempo total, em média, de um ciclo de produção.

Um estudo mais pormenorizado em relação às condições de processamento de cada linha, onde se podem observar outros parâmetros para além daqueles acima mencionados, encontra-se formulado em tabelas no Apêndice VI.

## **6.2 Quantidade**

Em termos de quantidade, foi observada uma linha de produção em que o peso da carga carregada no esterificador é bastante próxima da carregada na Linha 5 (3 882 kg). Essa linha é a Linha 4 (3 880 kg).

Efectuando uma análise comparativa, por carga, às duas linhas de produção, constata-se que o peso de polímero base obtido no final do processo é semelhante (diferença de 40 kg, no máximo, que não é significativa).

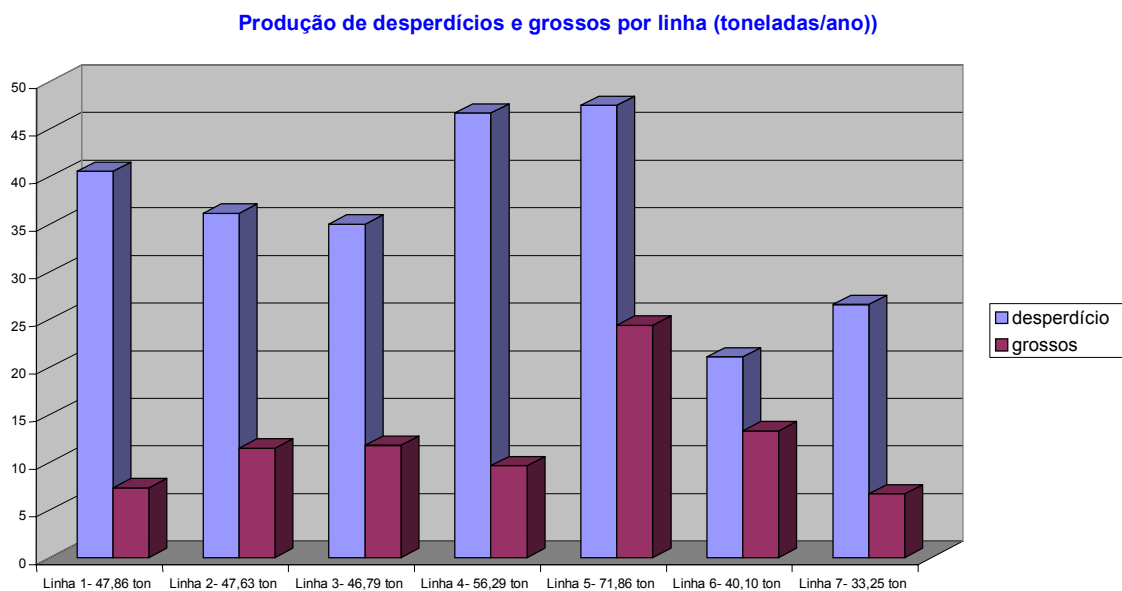
Embora o somatório “desperdícios da extrusora e grossos” seja praticamente o mesmo, o peso de “grossos” na Linha 4 é um pouco mais baixo, 3.7 kg, pelo facto de na Linha 5 serem também contabilizados os “finos”, daí obter-se 7.21 kg no total:

	<b>Linha 5</b>	<b>Média (Outras Linhas)</b>
<b>Carga de pasta (kg)</b>	3 882	3 880
<b>Polímero base (kg)</b>	3 200	3 210
<b>∑desperdício+grossos (kg)</b>	18,81	18,18

**Tabela 7** – Comparação entre a Linha 5 e as restantes, em média.

A tabela no Apêndice VII demonstra isso mesmo. Encontram-se também gráficos com a evolução de produção de polímero base, produção de “desperdícios da extrusora e grossos” e produto não-conforme mensal referente aos anos de 2003 e 2004.

O gráfico a seguir representa a produção de “desperdícios da extrusora e grossos” para cada linha durante o ano de 2004. Verifica-se uma maior quantidade anual de “grossos” na Linha 5, devido ao maior número de cargas efectuadas anualmente:



**Gráfico 1** – Produção de desperdícios da extrusora e grossos por linha em 2004.

### 6.3 Qualidade

No Laboratório é efectuado um “leque” de análises amostrais (em sacos de 200 gramas) a cada carga proveniente de cada uma das linhas. É feita uma série de ensaios sobretudo às propriedades ópticas: L, b\* e a\*; viscosidade específica e tamanho de grão (T.G.).

As propriedades ópticas mais importantes são, sem dúvida, a cor L e b\*:

A cor L representa a luminosidade do grão e varia entre o preto e o branco.

A cor b\* representa a “yellowness” e vai desde o amarelo ao azul.

A cor a\* pode variar num espectro entre o vermelho e o verde.

Os “alvos” para cada um destes parâmetros, limites de controlo e frequência do ensaio estão definidos no manual de especificações – PIA (ver Apêndice VIII).

Em resumo, nos resultados obtidos às análises das amostras da Linha 5 pode-se verificar que os valores de L se situam um pouco abaixo do esperado e os valores de b\* são quase positivos, ao passo que nas restantes linhas obtêm-se valores bastante próximos do alvo (Apêndice VI).

Mas na realidade, na linha 5 estes parâmetros variam muito pouco, as oscilações dos valores L e b\* são muito pequenas de carga para carga comparativamente com as linhas de produção com 2 reactores.

E é também possível verificar que, devido à existência da bomba MAAG (vácuo e recirculação de polímero), quase não existe deterioração na qualidade do polímero ao longo da extrusão. O mesmo já não acontece nas outras linhas, onde se pode obter diferentes valores de L e b\* numa mesma carga, em amostras retiradas ao fim de 5, 15 e 25 minutos (com tendência para afastar do “alvo”).

Quanto ao T.G., em qualquer dos processos é conseguido o objectivo pretendido (65 grãos/g) variando a pressão e/ou a velocidade de corte.

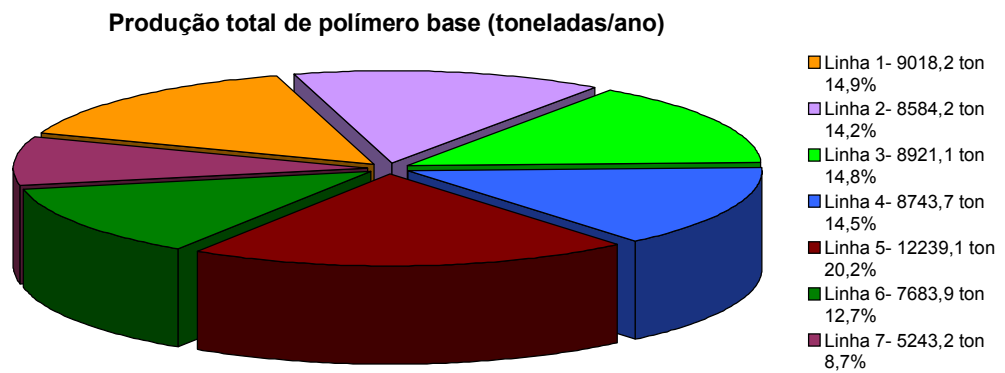
Também são obtidos valores de viscosidade específica, fluorescências e “specks” dentro dos limites de controlo para os dois processos, salvo raras excepções.

A situação mais problemática diz respeito aos parâmetros de cor. Caso os valores obtidos, por análise laboratorial, não se encontrarem dentro dos limites de controlo, essa carga é desclassificada, passando a designar-se por produto não-conforme.

No caso da Linha 5, verifica-se uma maior tendência para desclassificação de cargas, tal como irá ser abordado no próximo item.

#### 6.4 Produtividade

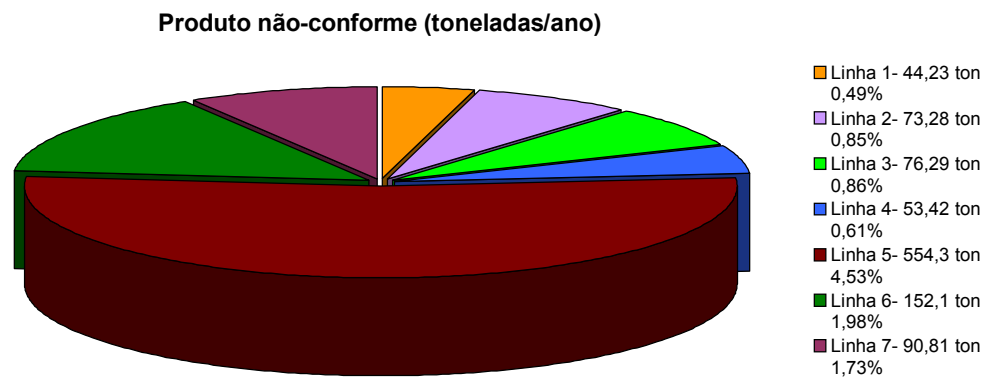
Foram comparados os processos em termos de produção de polímero base e produto não-conforme, para avaliar a produtividade de cada linha:



**Gráfico 2** – Produção de polímero base total em 2004.

Como se pode observar através da análise ao gráfico anterior, aquela que tem uma maior produção anual de polímero base é a Linha 5 com 12 239.1 toneladas/ano.

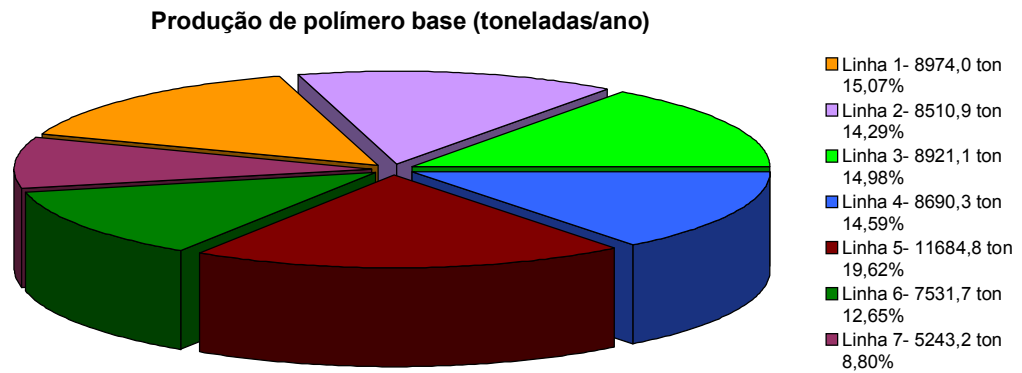
Desta produção nem todo é classificado como produto conforme:



**Gráfico 3** – Produto não-conforme em 2004.

Apesar da Linha 5 produzir uma maior quantidade de produto não-conforme (554.3 ton/ano), continua a ter um saldo mais positivo quando comparada com qualquer uma das restantes seis linhas de produção, isto porque prevalece a vantagem de processar um maior número de cargas por dia.

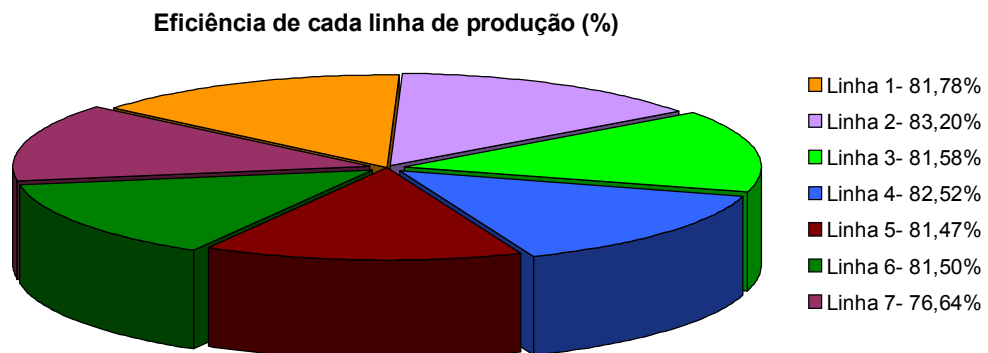
Resultando em 11 600 toneladas de polímero base conforme por ano, enquanto que, em média, cada outra linha não produz além de 8 700 ton/ano. Ou seja, uma produção 25 % superior:



**Gráfico 4** – Produção de polímero base (produto conforme) em 2004.

A Linha 5 é aquela que tem uma maior contribuição para a produção anual de polímero base conforme com 19.62%.

Verifica-se que a eficiência de produção é, em geral, semelhante em todas as linhas de produção. A média ronda os 81.5% à excepção da Linha 7:



**Gráfico 5** – Eficiência de cada linha de produção em 2004.



**Nota:** Neste momento, já existe um “moinho de grossos” na unidade de polímero. É uma solução para o reaproveitamento de material separado nos peneiros de extrusão por não terem as dimensões adequadas. O “moinho de grossos” não é mais do que um aparelho que mói os grossos e permite posterior utilização deste material na produção de fibras têxteis.

## 6.5 Problemas

São vários os problemas verificados nos dois processos de produção.

É feita uma distinção dos problemas frequentes a nível geral, isto é, em ambos os processos e a nível individual do processo com 3 reactores (Linha 5).

### Gerais:

- Formação de DEG na reacção de esterificação:

A concentração de dietileno glicol (DEG), até 2.8%, no poliéster é importante porque controla a afinidade tintorial da fibra. Para reduzir a formação de DEG durante a reacção de esterificação deve-se reduzir a acidez dada pelo TA, reduzir o glicol livre e usar catalizador.

- Degradação térmica:

O mecanismo de degradação térmica inicia-se pelo “cracking” de um grupo éster para formar um radical vinílico e um radical carboxílico, manifestando-se um amarelecimento do polímero acompanhado por uma queda de viscosidade. Uma das soluções para o problema é ter uma boa agitação do polímero e um bom sistema de vácuo, para que a queda da viscosidade seja lenta e a deterioração da cor seja mínima. Para atenuar o efeito da degradação, também se adiciona um estabilizador.

- Oxidação:

A polimerização é realizada no meio de polímero fundido. Este oxida-se, muito rapidamente, num mecanismo de oxidação em que há formação de produtos corados. Para evitar tal problema, deve ter-se o polímero fundido numa atmosfera livre de oxigénio, por exemplo, uma atmosfera de azoto.

- Efeito da escolha do catalizador:

A escolha do catalizador é importante não só pela sua acção sobre a velocidade da reacção, como também o seu efeito na cor do polímero. A sua escolha é bastante relevante, pois certos catalizadores são desactivados na presença de determinados estabilizadores.

- Falhas de energia:

Um dos principais problemas são os “cortes de energia”. Dependendo do intervalo do “corte” as consequências poderão ter proporções enormes. Pode, por exemplo, inutilizar 15 cargas, que corresponde a 48 toneladas.

- Extrusão:

Nesta etapa o polímero poderá causar um incêndio (é muito raro, mas pode acontecer) porque na extrusão o polímero vai-se degradando e produz acetaldeido. Este possui uma temperatura mínima de ignição espontânea a, aproximadamente, 185 °C (o polímero é extrudido a 290 °C).

- Acetaldeido:

A formação secundária de acetaldeido (AA) durante o processo é resultante da degradação do polímero. Este é inodoro mas, em maior concentração pode dar um aroma às bebidas. Pode-se baixar o nível de AA baixando a temperatura do processo.

- Manuseamento de TA e armazenamento de glicol:

O movimento das partículas sólidas ao longo dos tubos metálicos gera electricidade tal como os líquidos.

O pó de TA é sensível a fontes de ignição o que quer dizer que faíscas produzidas pela acumulação de electricidade estática nos equipamentos ou até mesmo no operador, podem ser uma fonte de ignição para o pó de TA.

Os tanques de armazenamento de glicol, suficientemente condutor, devem estar “ligados à terra” a fim de evitar a acumulação de cargas electrostáticas, as quais podem também ser uma fonte de ignição.

#### **Inerentes ao processo com 3 reactores:**

- Avaria/paragens da bomba MAAG:

Deverá ser dada especial atenção às indicações de pressão dos selos das bombas Viking e MAAG. Se a pressão for baixa as bombas param.

- Avaria/paragem bomba Viking:

A transferência pré-poly → autoclave fica pendente. Este atraso pode ser suficiente para que o pré-polímero solidifique no reactor. Obrigando assim a uma limpeza interior para remover o material.

- Bloqueamento linhas transferência:

Por vezes, devido também à elevada viscosidade do pré-polímero e existência de filtros, a transferência do pré-poly para a autoclave é dificultada, chegando mesmo a bloquear a linha. Ou por avaria da bomba Viking durante a transferência.

- Bomba de vácuo do pré-poly:

Principalmente, na fase P1, quando a bomba de vácuo não é eficiente, não se consegue reunir as condições necessárias à execução desta fase e que se pode traduzir numa deterioração de cor.

- Spray condenser:

Arrastamento de sólidos do pré-poly que ficam suspensos no glicol contido no condensador e que implicam um vazamento do mesmo e limpeza.

## 6.6 Vantagens/Desvantagens

Comparando os processos de produção, verifica-se que a Linha 5 apresenta as seguintes vantagens e desvantagens em relação às linhas de produção com dois reactores:

### ⇒ **Vantagens:**

- √ Menores tempos de residência → menos tempo de ciclo total;
- √ Maior número de cargas por dia;
- √ Maior quantidade de polímero base por dia;
- √ Qualidade bastante regular;
- √ Melhor controlo das condições de trabalho;
- √ Não degradação do polímero durante a extrusão;
- √ Maior produtividade.

### ⇒ **Desvantagens:**

- Maior quantidade de “desperdícios da extrusora e grossos” por dia;
- Maior quantidade de produto não-conforme;
- Maior probabilidade de ocorrer uma avaria.

## 7. BIBLIOGRAFIA

[1] Selenis – Indústria de Polímero S.A. [www.selenis.com](http://www.selenis.com)

[2] Universidade Federal do Espírito Santo – UFES, Brasil

<http://www.ccv.ufes.br/provas/GabQui.htm>

[3] Curi, Denise – Projecto de Polímeros 2004. <http://www.colband.com.br>

[4] Montenegro, Ricardo e Pan, Simon – Resina PET para embalagens.

[5] Mark, J.E.; Physical Properties of Polymers Handbook, American Institute of Physics, p. 411, N.Y., (1996).

[6] Ogorkiewicz, R.M.; Thermoplastics Properties and Design, editora A. Wiley Interscience, London, (1974).

- Polyester Polymer Plant – Project P92, Engineering Manual; Sim-Chem Limited, England

- Polymer Production – Operating Manual; Finicisa Polyester, Portugal

- Manual de Produção de Polímero Base (MP01) – Selenis S.A.

- Manual de Produção de Polímero Cristalino (MP02) – Selenis S.A.

## **8. APÊNDICE**

### **APÊNDICE I**

Folha de especificações das MP's e aditivos

## Folha de especificação do ácido tereftálico puro (PTA)

**Fórmula química:**  $C_8 H_6 O_4$

**Aparência:** branco livre de impurezas

**Estado:** sólido cristalino

**Densidade (20 °C):** 1.12 g/cm<sup>3</sup>

**Massa molecular:** 166.13 g/mol

**Ponto de sublimação:** 300 °C (à P atm)

**Ponto de fusão:** 425 °C

**Calor específico:** 0.33 kcal/kg

**Percentagem de água:** 0.2% (no máximo)

**Tamanho médio de grão:** 130 ± 25 micron

**Toxicidade:** não é tóxico, pode causar irritação na pele e olhos. Usar máscara e óculos.

**Preço:** 779 €/tonelada

## Folha de especificação do ácido isoftálico puro (IPA)

**Fórmula química:** C<sub>8</sub> H<sub>6</sub> O<sub>4</sub>

**Aparência:** branco livre de impurezas

**Estado:** sólido cristalino

**Densidade (20 °C):** 1.54 g/cm<sup>3</sup>

**Massa molecular:** 166 g/mol

**Ponto de ebulição:** 100 °C

**Temperatura crítica:** 382 °C

**Temperatura de auto-ignição:** 700 °C

**Tamanho médio de grão:** 116 micron

**Preço:** 1 000 €/tonelada



## Folha de especificação do monoetilenoglicol (MEG)

**Fórmula química:** C<sub>2</sub> H<sub>6</sub> O<sub>2</sub>

**Aparência:** transparente livre de impurezas

**Estado:** líquido

**Densidade (20 °C):** 1.114 ± 0.0015 g/cm<sup>3</sup>

**Destilação:** 99% (a 760 mm Hg)

**Massa molecular:** 62.07 g/mol

**Ponto de ebulição:** 197.3 °C

**Temperatura crítica:** 382 °C

**Pressão crítica:** 48.6 bar

**Volume crítico:** 172 litros/kg.mol

**Temperatura de auto-ignição:** 400 °C

**Ponto de congelamento:** -13 °C

**Toxicidade:** tóxico se administrado oralmente, pode provocar um estado de coma; os vapores (quando a altas temperaturas) causam irritação na garganta; evitar contacto com a pele. Usar luvas de borracha e óculos.

**Preço:** 928 €/tonelada

## Folha de especificação do pentaeritritol

**Fórmula química:**  $C_5H_{12}O_4$

**Aparência:** branco

**Estado:** sólido

**Função:** usado como aditivo no fabrico de fibras têxteis

**Densidade (20 °C):** 1.396 g/cm<sup>3</sup>

**Massa molecular:** 136 g/mol

**Ponto de fusão:** 260 °C

**Ponto de ebulição:** 276 °C

**Percentagem de água:** 0.1 %

**Preço:** 1.8 €/kg

## Folha de especificação do ácido fosfórico

**Fórmula química:**  $\text{H}_3\text{PO}_4$

**Viscosidade:** 32 cP

**Aparência:** transparente

**Estado:** líquido

**Função:** melhora a estabilidade térmica do polímero

**Densidade (20 °C):** 1.689 g/ml

**Massa molecular:** 98 g/mol

**Ponto de ebulição:** 158 °C

**Ponto de congelação:** 21 °C

**Percentagem de  $\text{P}_2\text{O}_5$ :** 61.5 %

O ácido fosfórico, como qualquer ácido possui propriedades corrosivas, portanto o uso de equipamento de protecção é essencial, como luvas de borracha e óculos.

**Preço:** 1.8 €/kg

## Folha de especificação do acetato de cobalto

**Fórmula química:**  $\text{Co}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

**Aparência:** vermelho

**Estado:** sólido

**Função:** aditivo para melhorar a cor do poliéster.

**Densidade (19 °C):** 1.1 g/cm<sup>3</sup>

**Massa molecular:** 249.08 g/mol

**Ponto de fusão:** 140 °C

**pH:** 6.8

**Preço:** 8.85 €/kg

## Folha de especificação do trióxido de antimônio

**Fórmula química:**  $\text{Sb}_2\text{O}_3$

**Aparência:** branco

**Estado:** sólido

**Função:** catalizador

**Densidade (20 °C):** 5.25 g/cm<sup>3</sup>

**Massa molecular:** 291.5 g/mol

**Ponto de fusão:** 656 °C

**Toxicidade:** venenoso; causa irritação na pele; se inalado provoca graves inflamações nas vias respiratórias. Usar máscara e luvas de borracha.

**Preço:** 4.85 €/kg

## Folha de especificação do Vertec AC 420

**Percentagem de titânio:** 2.1 %

**Viscosidade (a 25 °C):** 47.8 mPa.s

**Aparência:** amarela

**Estado:** liquido

**Função:** catalizador da esterificação

**Ponto de ebulição:** 196-198 °C

**Pressão vapor (a 20 °C):** <10 Pa

**Temperatura de auto-ignição:** 400 °C

**pH:** 5

**Preço:** 4.95 €/kg

## Folha de especificação do fluido térmico

O fluido térmico é composto pela mistura de dois óleos térmicos (minerais inibidos contra a oxidação) funcionando por circulação em fase líquida, o Dowtherm e o Therminol 66 na razão 2:1, respectivamente.

Este é aquecido por uma unidade de três queimadores com capacidade térmica máxima: A e C= $2 \times 10^6$  kcal/h e B= $4 \times 10^6$  kcal/h, donde sai fluido térmico a 350 °C que alimentam o sistema de aquecimento de toda a unidade de polímero.

O sistema é bastante complexo, existindo sub-circuitos para cada reactor de cada linha (embora idênticos). Existem ainda dois tanques de expansão de 5 m<sup>3</sup> cada, para absorver as variações de volume sofridas pelo fluido ao longo das tubagens.

### Aplicação:

Unidade de transferência de calor de instalações industriais diversas, nomeadamente petrolífera, alimentar, papel, têxtil...

Pode também ser aplicado em proporções de menor escala, como é o caso de radiadores a óleo (aquecedores).

### Propriedades gerais:

- Baixo grau de toxicidade;
- Boa estabilidade térmica;
- Grande resistência à oxidação (longa duração de serviço, 4-6 anos);
- Elevado índice de viscosidade;
- Grande fluidez (fácil circulação a baixa temperatura);
- Não ataca os metais utilizados nas instalações térmicas;
- Odor desagradável.

## Dowtherm

O Dowtherm é um dos dois constituintes do fluido térmico.

**Aparência:** amarelo claro

**Odor:** aromático

**Estado:** líquido

**Densidade (a 25 °C):** 1056 kg/m<sup>3</sup>

**pH:** 6-8

**Ponto solidificação:** 11.5 a 13 °C

**Ponto ebulição:** 257.1 °C

**Ponto de inflamação:** 113 °C

**Temperatura de auto-ignição:** 599 °C

**Calor de combustão:** 36.053 KJ/kg

**Percentagem de água:** 250 ppm (no máximo)

**Temperatura de uso:** 15-400 °C (fase líquida)  
257-400 °C (fase vapor)

**Preço:** 2.54 €/kg



## Therminol 66

O Therminol o outro constituinte do fluido térmico.

**Aparência:** amarelo

**Odor:** aromático

**Estado:** líquido

**Densidade (a 25 °C):** 1000 kg/m<sup>3</sup>

**Composição:** Terphenil modificado

**Ponto ebulição:** 359 °C

**Temperatura de auto-ignição:** 399 °C

**Calor de vaporização:** 272 KJ/kg. °C

**Coefficiente de expansão:** 0.00084 / °C

**Temperatura crítica:** 2430 KPa

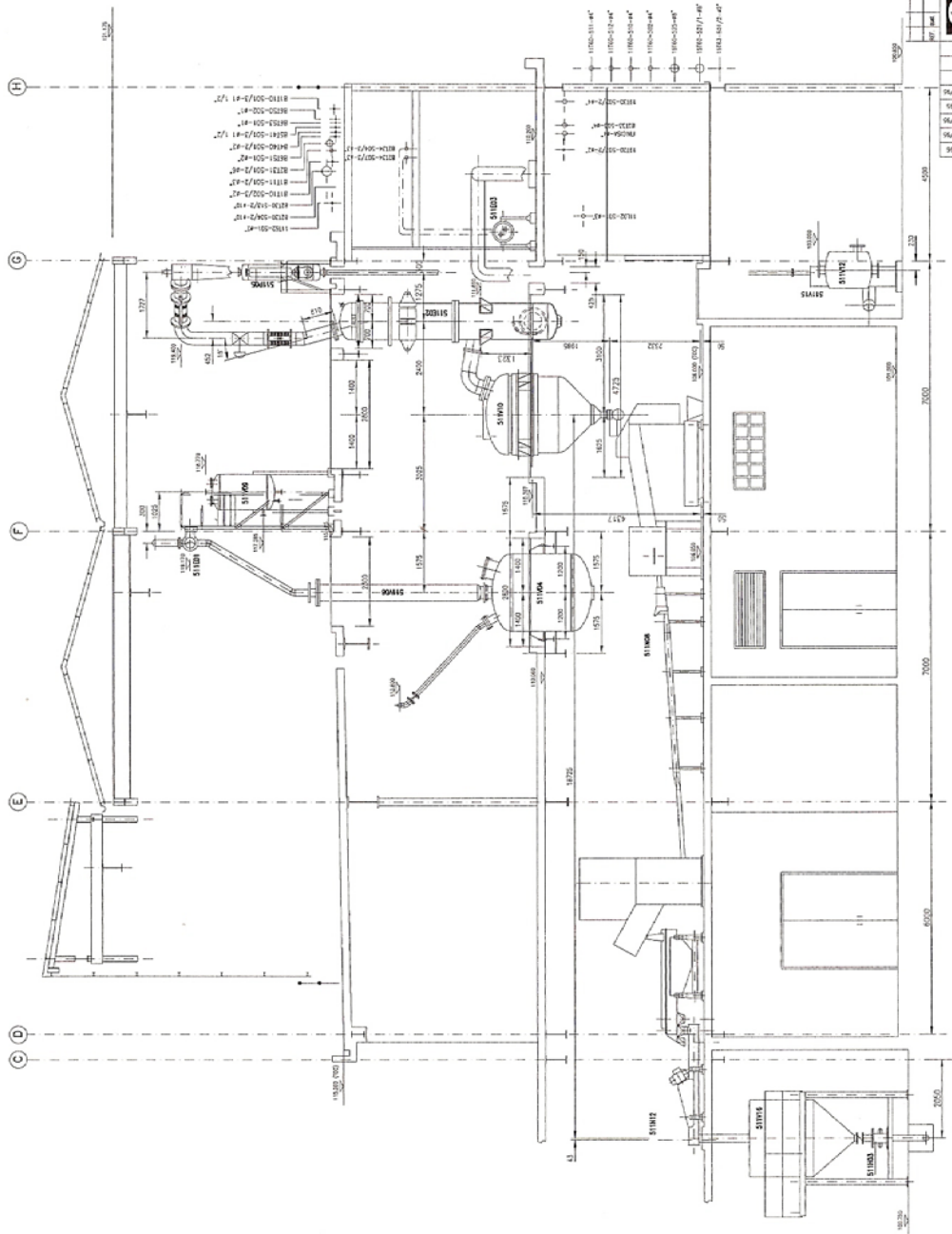
**Densidade crítica:** 317 kg/m<sup>3</sup>

**Preço:** 4.48 €/kg

## **APÊNDICE II**

Planta de uma linha comum

PROCESSO COM 2 REACTORES



LINHA 4  
CORTE LONGITUDINAL

HOECHST FERAS S.A.  
7300 PORTALEGRE  
PORTUGAL

PLANEIRO - LINHA 4

APROVADO POR EQUIPAMENTO  
LÍNEA 4

00511 0040104 0000 E

REV. 01

REV. 02

REV. 03

REV. 04

REV. 05

REV. 06

REV. 07

REV. 08

REV. 09

REV. 10

REV. 11

REV. 12

REV. 13

REV. 14

REV. 15

REV. 16

REV. 17

REV. 18

REV. 19

REV. 20

REV. 21

REV. 22

REV. 23

REV. 24

REV. 25

REV. 26

REV. 27

REV. 28

REV. 29

REV. 30

REV. 31

REV. 32

REV. 33

REV. 34

REV. 35

REV. 36

REV. 37

REV. 38

REV. 39

REV. 40

REV. 41

REV. 42

REV. 43

REV. 44

REV. 45

REV. 46

REV. 47

REV. 48

REV. 49

REV. 50

REV. 51

REV. 52

REV. 53

REV. 54

REV. 55

REV. 56

REV. 57

REV. 58

REV. 59

REV. 60

REV. 61

REV. 62

REV. 63

REV. 64

REV. 65

REV. 66

REV. 67

REV. 68

REV. 69

REV. 70

REV. 71

REV. 72

REV. 73

REV. 74

REV. 75

REV. 76

REV. 77

REV. 78

REV. 79

REV. 80

REV. 81

REV. 82

REV. 83

REV. 84

REV. 85

REV. 86

REV. 87

REV. 88

REV. 89

REV. 90

REV. 91

REV. 92

REV. 93

REV. 94

REV. 95

REV. 96

REV. 97

REV. 98

REV. 99

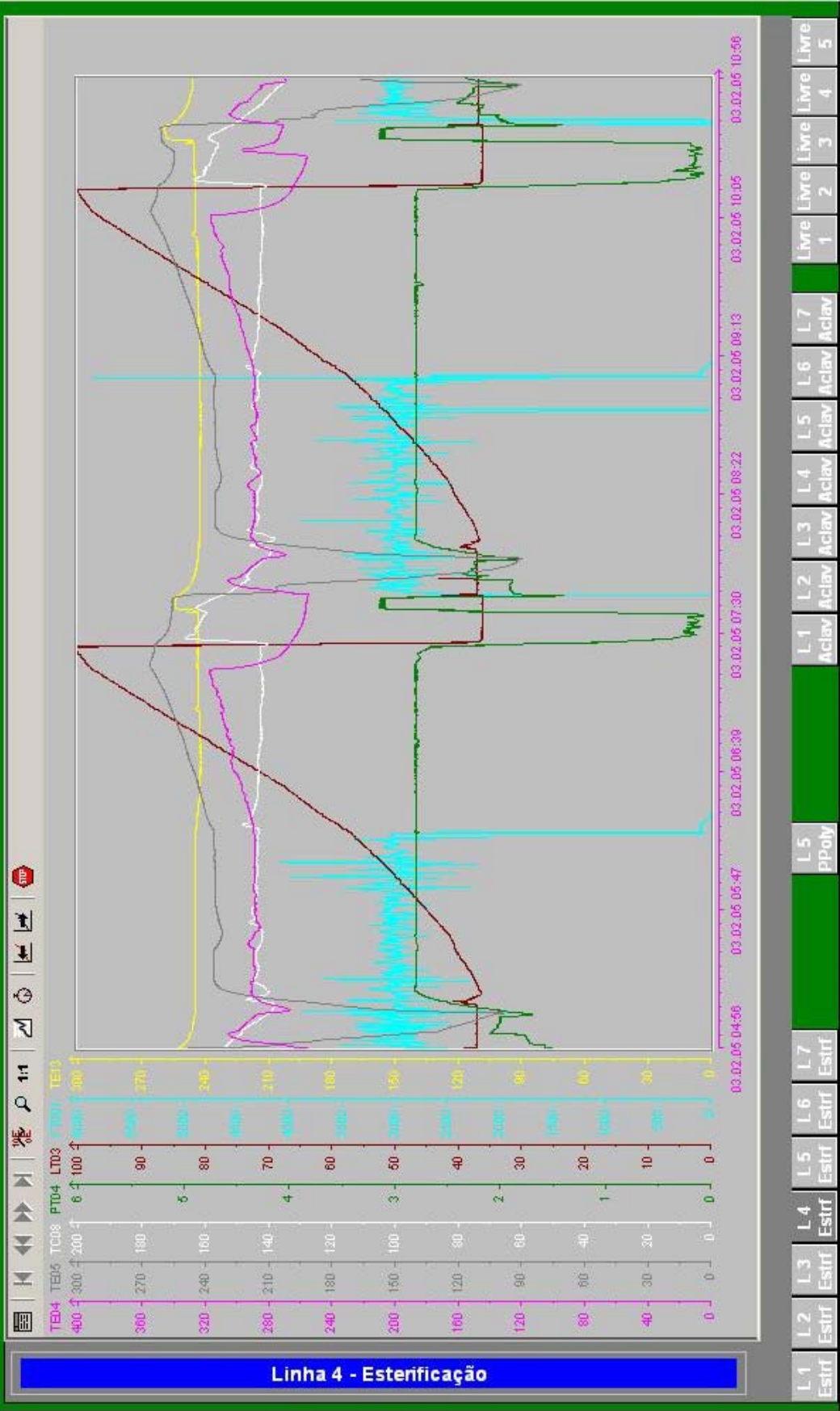
REV. 100

### **APÊNDICE III**

Curvas de esterificação e polimerização

PROCESSO COM 2 REACTORES

Histórico





TE11	TE12	PT12	PT14	POT	VEL	PT15	PT16
400	1050	10	46	1900	25.2	10	10
300	945	9	41	1710		9	9
320	840	8	38	1520	20	8	8
280	735	7	32	1330		7	7
240	630	6	27	1140	15	6	6
200	525	5	23	950		5	5
180	420	4	18	760	10	4	4
120	315	3	14	570		3	3
80	210	1	9	380	5	1	1
40	105	0	5	190		0	0
0	0	0	0	0	0	0	0



00.02.05 04:57 00.02.05 05:40 00.02.05 06:48 01.02.05 07:31 03.02.05 08:23 00.02.05 09:14 00.02.05 10:06 03.02.05 10:57

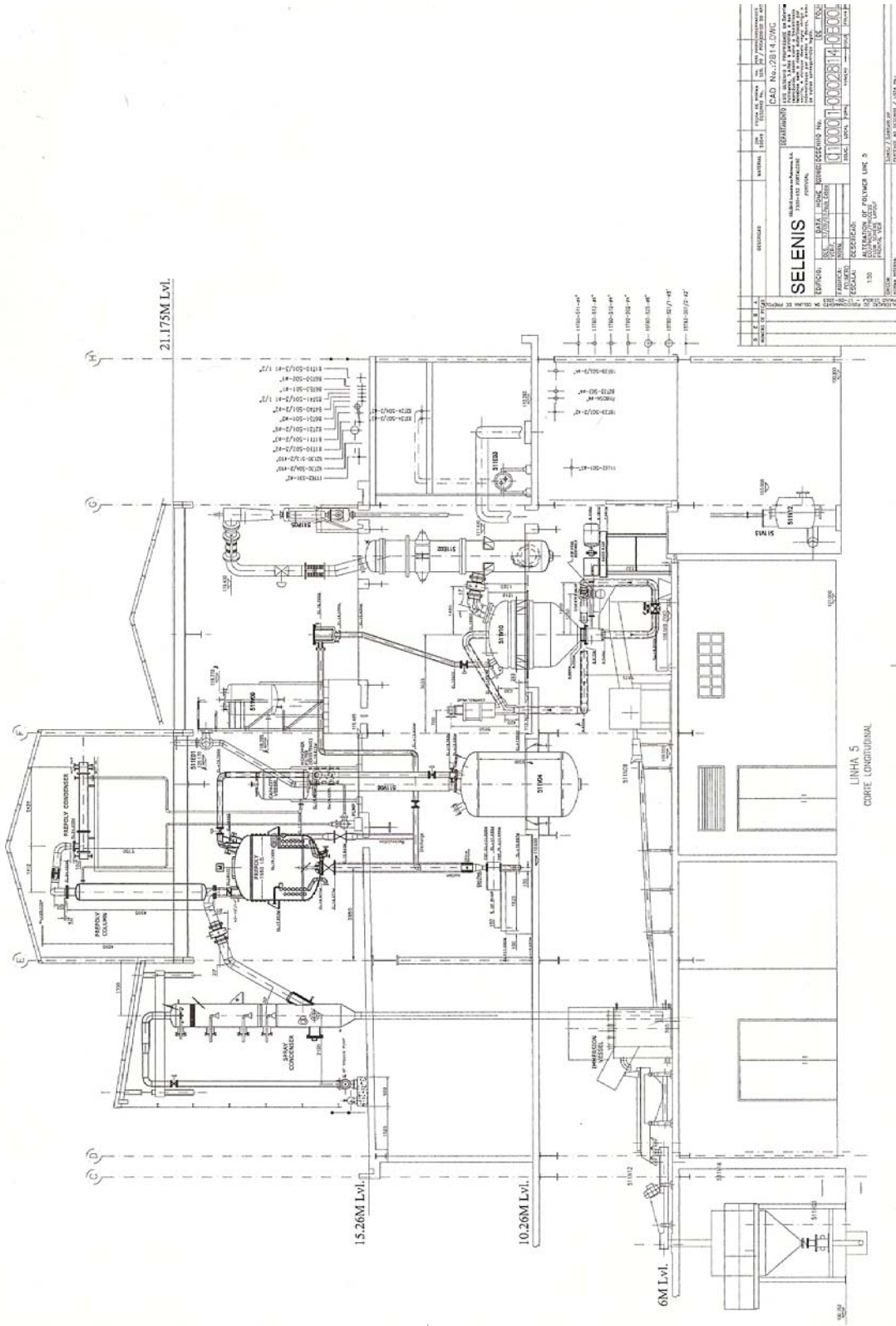
- L1 Esirf
- L2 Esirf
- L3 Esirf
- L4 Esirf
- L5 Esirf
- L6 Esirf
- L7 Esirf
- L5 ppoly
- L1 Aclav
- L2 Aclav
- L3 Aclav
- L4 Aclav
- L5 Aclav
- L6 Aclav
- L7 Aclav
- L1 Livre
- L2 Livre
- L3 Livre
- L4 Livre
- L5 Livre

Linha 4 - Polimerização

## **APÊNDICE IV**

Planta da linha 5

PROCESSO COM 3 REACTORES



ITEM	DESCRICAO	QTD	UNID	VALOR UNITARIO (R\$)	VALOR TOTAL (R\$)
1	1110-S-21-42	1	PC	1.000,00	1.000,00
2	1110-S-21-41	1	PC	1.000,00	1.000,00

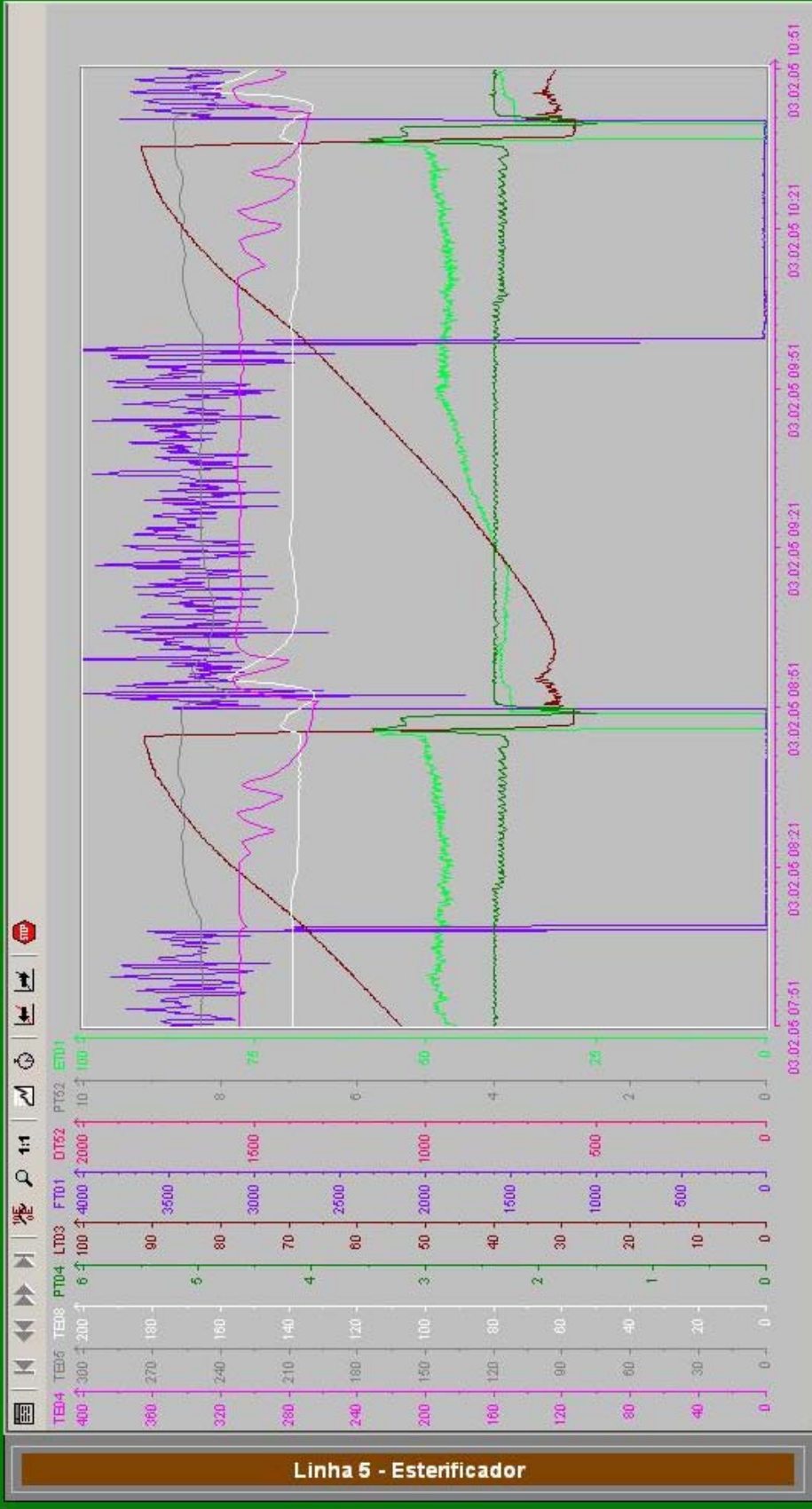
<b>SELENIS</b> Soluções em Engenharia e Manutenção	
EMPRESA	SELENIS S.A. - SANEAMENTO INDUSTRIAL
PROJETO	SELENIS S.A. - SANEAMENTO INDUSTRIAL
LOCAL	SUBSTITUICAO DE POLIMEROS LINE 3
DATA	14/03/2017
PROJ. CIVIL	14001-00028174-0000
PROJ. MECANICO	14001-00028174-0000
PROJ. ELT	14001-00028174-0000
PROJ. PAISAG. ARQ.	
PROJ. SIGIL. ARQ.	
PROJ. SOND. ARQ.	
PROJ. SOND. CIVIL	
PROJ. SOND. MECANICO	
PROJ. SOND. ELT	
PROJ. SOND. PAISAG. ARQ.	
PROJ. SOND. SIGIL. ARQ.	
PROJ. SOND. SOND. CIVIL	
PROJ. SOND. SOND. MECANICO	
PROJ. SOND. SOND. ELT	
PROJ. SOND. SOND. PAISAG. ARQ.	
PROJ. SOND. SOND. SIGIL. ARQ.	
PROJ. SOND. SOND. SOND. CIVIL	
PROJ. SOND. SOND. SOND. MECANICO	
PROJ. SOND. SOND. SOND. ELT	
PROJ. SOND. SOND. SOND. PAISAG. ARQ.	
PROJ. SOND. SOND. SOND. SIGIL. ARQ.	



## **APÊNDICE V**

Curvas de esterificação, pré-polimerização e polimerização

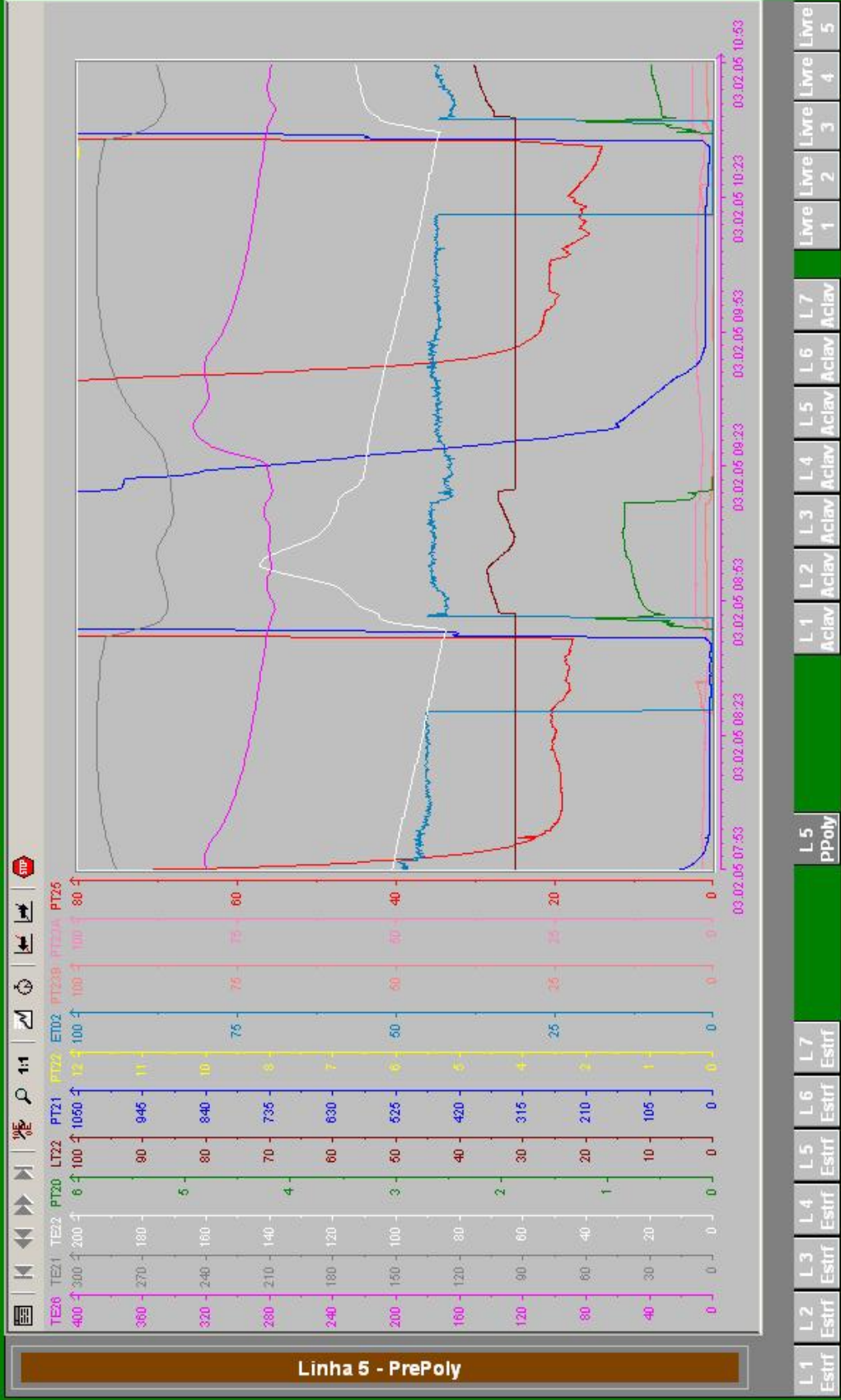
PROCESSO COM 3 REACTORES



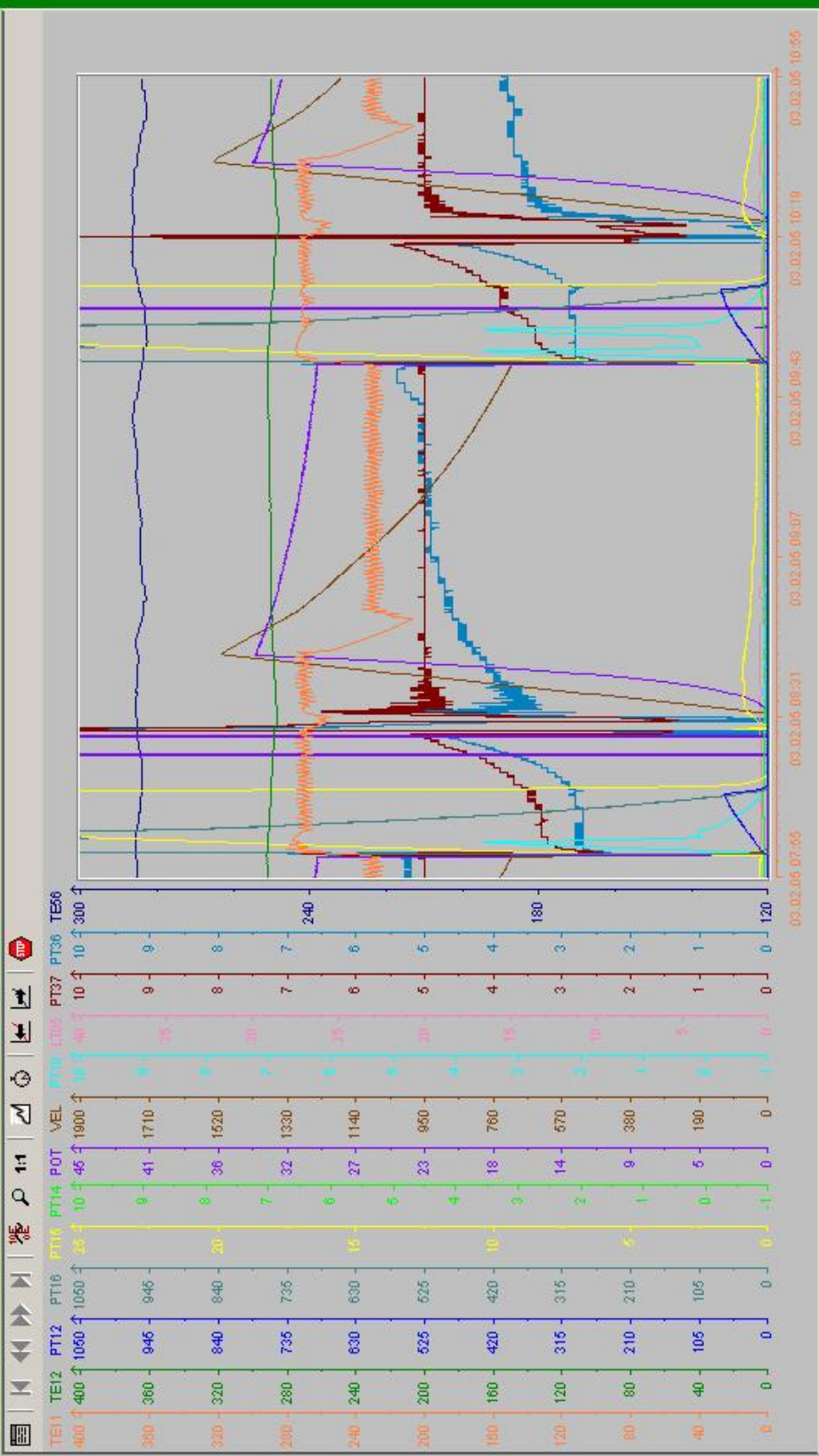
Linha 5 - Esterificador

- L1 Estrif
- L2 Estrif
- L3 Estrif
- L4 Estrif
- L5 Estrif
- L6 Estrif
- L7 Estrif
- L5 pPoly
- L1 Aclav
- L2 Aclav
- L3 Aclav
- L4 Aclav
- L5 Aclav
- L6 Aclav
- L7 Aclav
- Livre 1
- Livre 2
- Livre 3
- Livre 4
- Livre 5

Histórico



Histórico



Linha 5 - Autoclave

- L1 Estrf
- L2 Estrf
- L3 Estrf
- L4 Estrf
- L5 Estrf
- L6 Estrf
- L7 Estrf
- L5 pPoly
- L1 Aclav
- L2 Aclav
- L3 Aclav
- L4 Aclav
- L5 Aclav
- L6 Aclav
- L7 Aclav
- L1 Livre
- L2 Livre
- L3 Livre
- L4 Livre
- L5 Livre

## **APÊNDICE VI**

Avaliação de todas as linhas de produção

PROCESSO COM 2 E 3 REACTORES

**Avaliação das Linhas 1, 2, 3, 4, 5, 6 e 7 de Produção de RT41 em 24h**

		Linha 1	Linha 2	Linha 3	Linha 4	Linha 5	Linha 6	Linha 7
<b>Esterificação</b>	Peso da carga (kg)	3920	3850	3870	3880	3882	3820	2700
	t Carga (min)	67	78	78	78	69	65	65
	t Esterificação (min)	140	145	155	147	95	143	158
	P Esterificação (barg)	2,8	2,8	2,8	2,8	2,4	2,8	2,8
	T Fluido térmico (°C)	290-312	284-315	290-315	289-315	309	290-320	265-315
	T Carga (°C)	225-265	225-265	230-265	230-265	245-260	230-265	225-265
	t Transferência (min)	5	7	3	6	5	15	7
	t Total do ciclo (min)	145	152	158	153	74	158	165
<b>Pré-Poli</b>	t pré-poli (min)					90		
	T Fluido térmico (°C)					270-260-325		
	T Carga (°C)					255-260-290		
	t transferência (min)					15		
	t Total do Ciclo (min)					105		
<b>Polimerização + Extrusão</b>	t Tx a 340°C (min)	3	3	2	3		3	3
	Isol. Dep. Cond. (min)	26	31	27	27		29	27
	t até T polimerização (min)	14	6	10	9		13	6
	t Polimerização (min)	129	128	130	130	136	129	140
	P Polimerização (mbara)	1,66	0,55	0,85	1,21	1,29	1,73	1,50
	T Fluido térmico (°C)	340-235	340-235	340-250	340-235	340-235	340-235	335-250
	T Carga (°C)	290	290	290	290	290	290	290
	Vel. agitador (rpm)	1900-770	1900-770	1900-750	1900-705	1800-740	1800-740	1800-550
	P Extrusão (barg)	1,95	2,14	1,90	2,10	1,80	1,81	1,60
	T Carga na extrusão (°C)	290	290	290	290	290	290	290
	T Fluido térmico (°C)	270	270	270	270	270	270	270
	t Extrusão (min)	32	35	31	34	34	36	40
	t Total do ciclo (min)	161	163	161	164	170	165	180
	<b>Resultados</b>	L	58,6	59,5	59,2	58,7	58,0	61,1
b		-2,6	-2,8	-3,2	-2,6	-0,1	-1,6	0,6
Peso desperdício+grossos (kg)		18,39	18,29	17,97	21,62	18,81	15,40	14,90
Peso polímero por carga (kg)		3215	3203	3158	3202	3167	3111	2069
t Total de uma carga (min)		306	318	319	317	300	323	345
Nº cargas em 24h		7	7	7	7	10	6	6
Peso polímero em 24h (kg/dia)		22505	22421	22106	22414	31670	18666	12414

## **APÊNDICE VII**

Avaliação quantitativa de “desperdícios da extrusora e grossos”

Evolução de produção de polímero base (2003 e 2004)

Evolução produto não-conforme mensal (2003 e 2004)

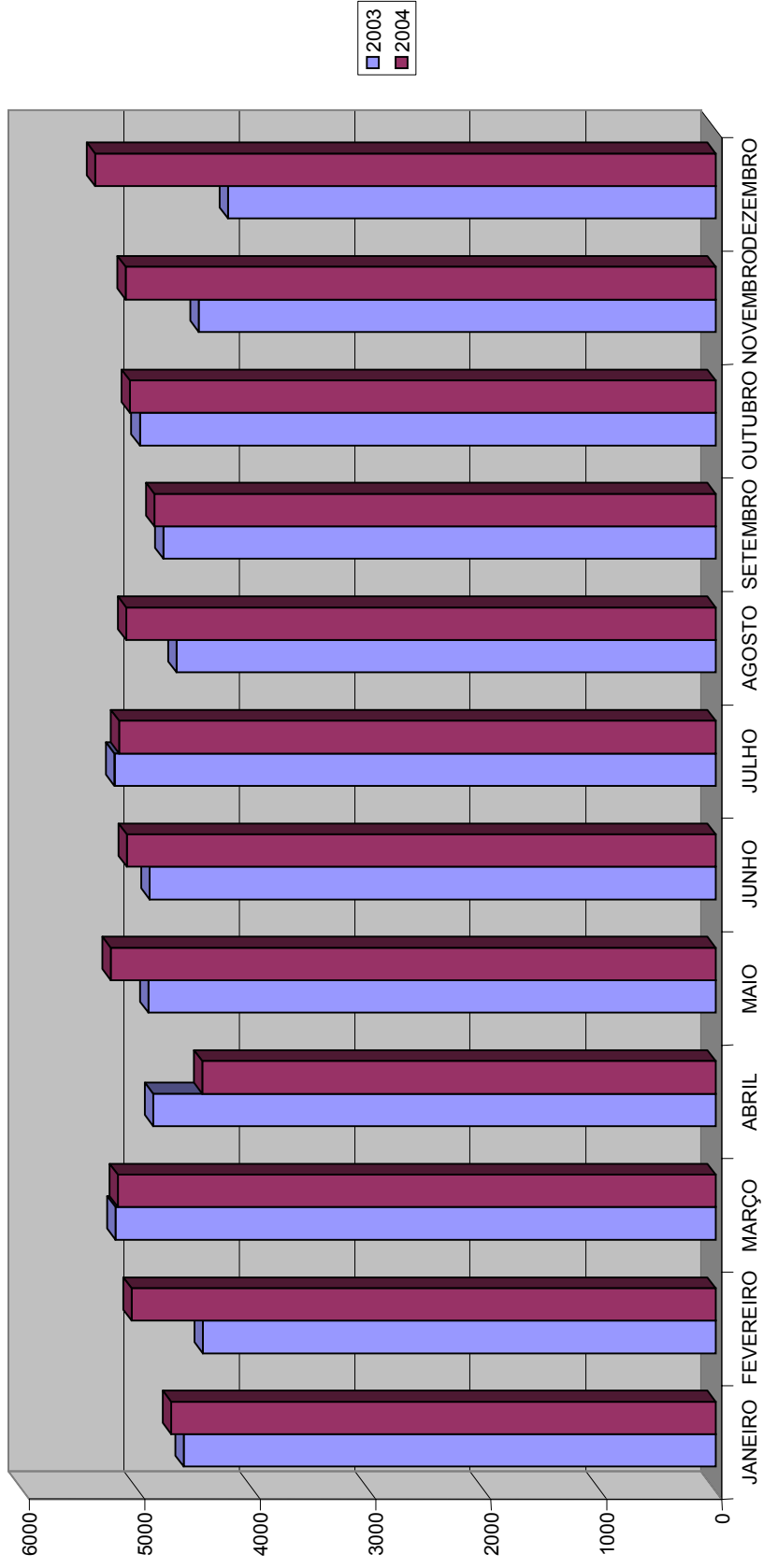
Evolução de produção de “desperdícios da extrusora e grossos” (2003 e 2004)



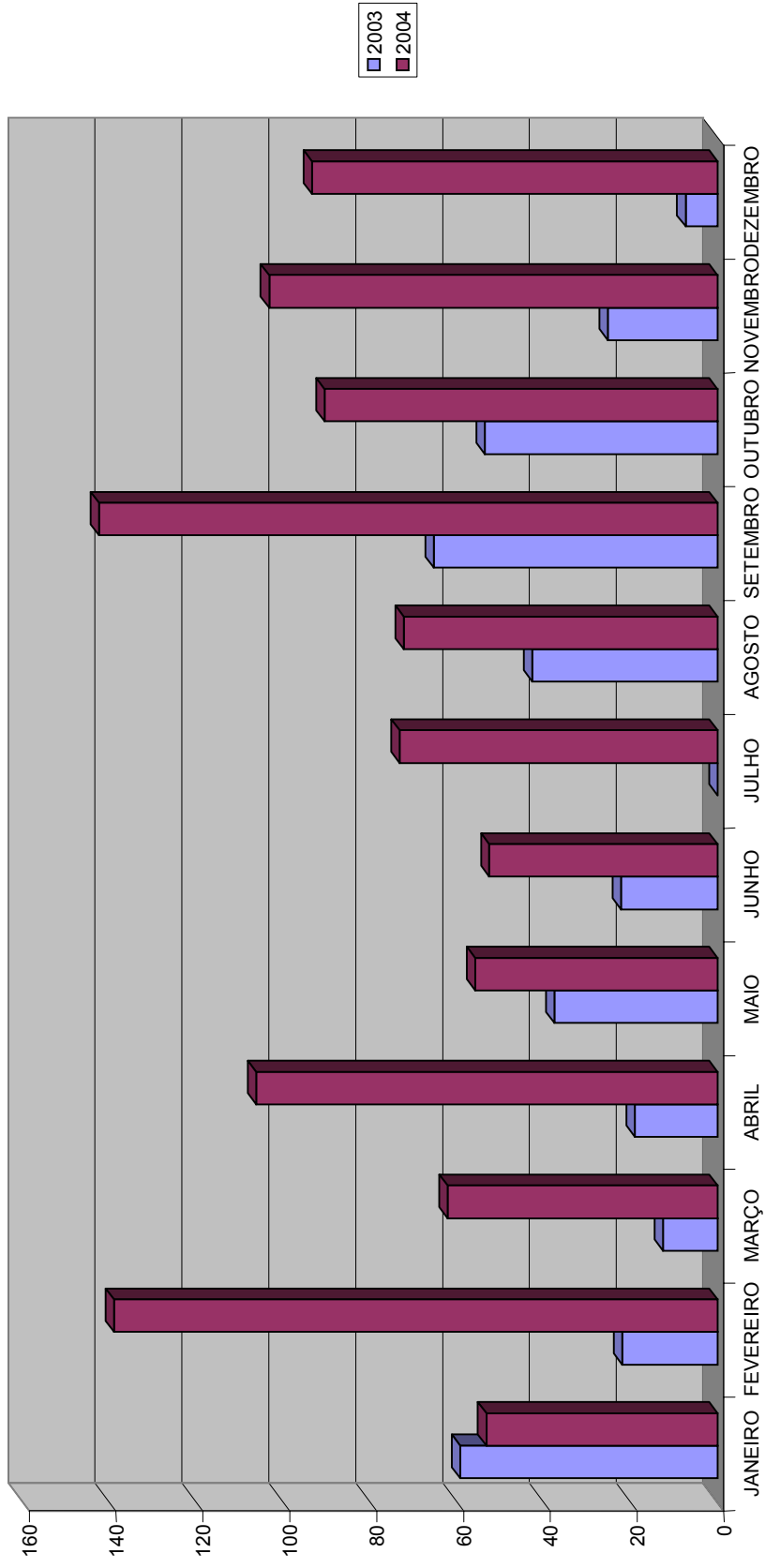




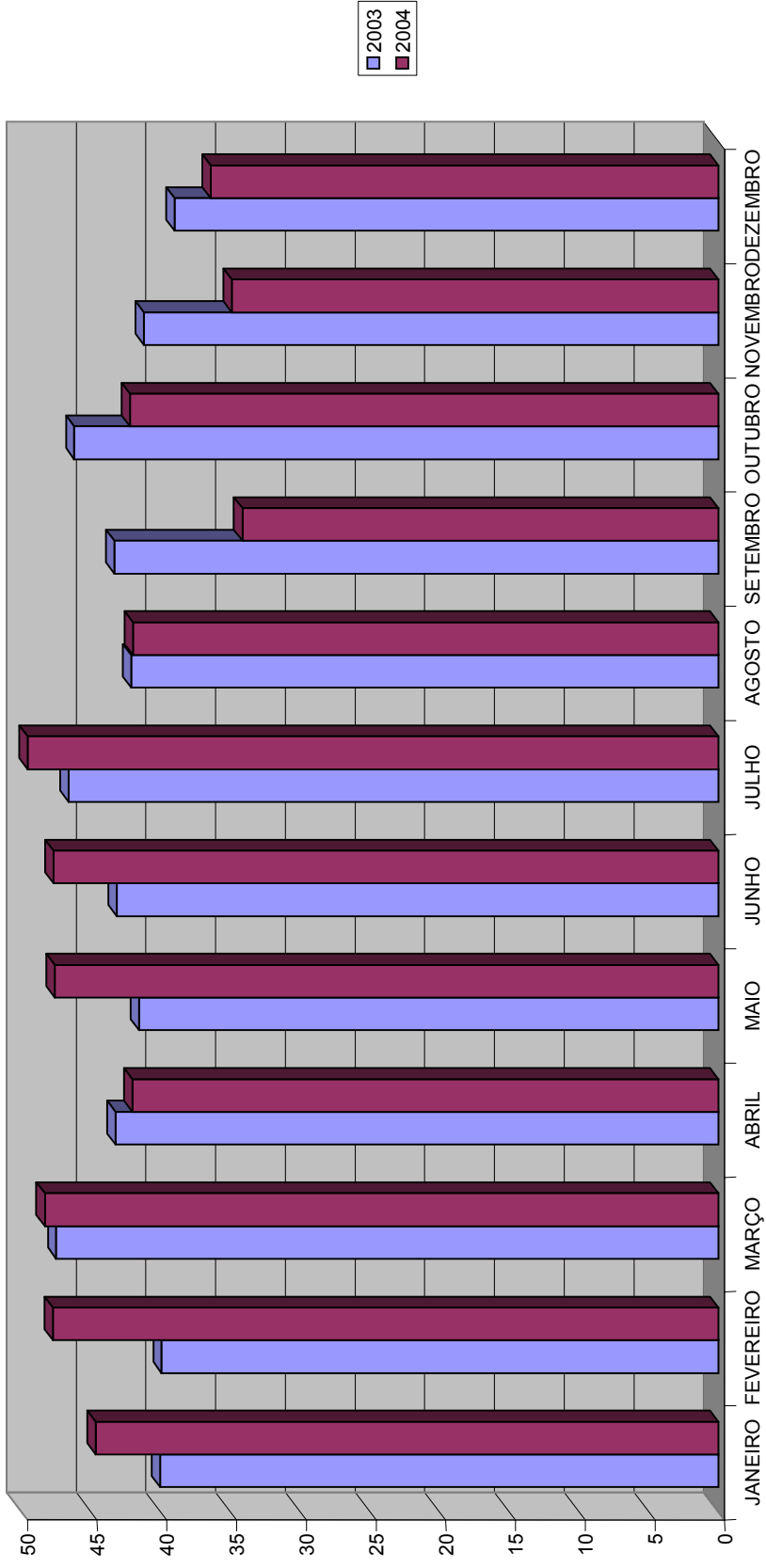
Evolução da produção de polímero base (Toneladas/mês)



Evolução da produção de produto não-conforme (toneladas/mês)



Evolução da produção de desperdícios da extrusora e grossos (toneladas/mês)



## **APÊNDICE VIII**

Manual de especificações

- Plano interno de análises -

**MANUAL DE ESPECIFICAÇÕES – Plano interno de análise (PIA)**

**– Poliéster tipo RT 41 –**

<b>Tipo de análise</b>	<b>Unidades</b>	<b>Alvo</b>	<b>Freq. do teste</b>	<b>Limite controlo</b>
				<b>min-máx</b>
Viscosidade Específica	SV	720	1 X dia	660 - 780
L	CIE	58	1 X Carga	54 - 62
a	CIE		1 X Carga	< 1
b	CIE	-1,5	1 X Carga	< 1
T.G.	grão/g	65	1 X dia	50 - 80
Fluorescências	grão/100g	0	1 X Carga	0 - 3
Specks	grão/100g	0	1 X Carga	0 - 2
DEG	% p/p		n. a.	
Grupos carboxílicos	meq/kg	37	1 X Semana	27 - 47

**Observação:** Na primeira carga são sempre efectuados os ensaios SV, T.G. e grupos carboxílicos.