



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

(11) (21) **PI 0402330-7 A**

(22) Data de Depósito: 14/06/2004  
(43) Data de Publicação: 14/02/2006  
(RPI 1832)



(51) Int. Cl.<sup>7</sup>:  
C08G 63/80  
C08G 63/91  
C08J 11/04

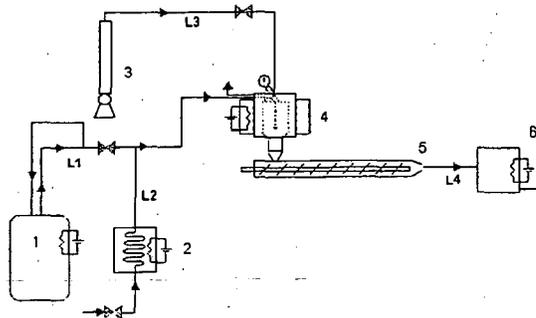
(54) Título: **PROCESSO DE DESCONTAMINAÇÃO DE POLIÉSTER RECICLADO E USO DO MESMO**

(71) Depositante(s): Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (BR/SP), Universidade Federal de São Carlos (BR/SP)

(72) Inventor(es): Sati Manrich, Amélia Severino Ferreira e Santos, José Augusto Marcondes Agnelli

(74) Procurador: Cruzeiro/NewMarc Patentes e Marcas Ltda

(57) Resumo: "PROCESSO DE DESCONTAMINAÇÃO DE POLIÉSTER RECICLADO E USO DO MESMO". É descrito um processo de remoção de contaminantes de flakes de PET limpo utilizando atmosfera de ar seco a 120-200°C/3-30m<sup>3</sup>/h/ponto de orvalho de -20 a -60n°C/por pelo menos 15 minutos e gás inerte a 200-250°C/0,1-30 m<sup>3</sup>/h/ por pelo menos 10 minutos, seguido da etapa de extrusão convencional (5), granulação em granulador (6) e cristalização. O polímero é processado em reator (4) para obtenção de uma resina reciclada com pureza e características físico-químicas adequadas para aplicação em embalagens alimentícias monocamada 100% de PET reciclado. As variáveis, tempo, temperatura e fluxo de ar ou gás são importantes para o controle da viscosidade, características ópticas e grau de descontaminação do polímero. Os padrões de pureza estabelecidos para proteção do consumidor e das propriedades organolépticas do produto envasado estão de acordo com os exigidos pelo FDA, ILSI e ANVISA. O uso do material em grânulos também é descrito.



PROCESSO DE DESCONTAMINAÇÃO DE POLIÉSTER  
RECICLADO E USO DO MESMO

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção diz respeito a um  
5 processo de descontaminação durante a reciclagem do poli (etileno  
tereftalato) - PET que utiliza ar seco e gás inerte para purificar  
e aumentar a massa molar do reciclado.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

A disposição do resíduo sólido urbano apresenta  
10 problemas relacionados à instalação adequada dos mesmos, ao espaço  
físico ocupado pelos rejeitos e à proliferação de doenças para  
parte da população que mora próximo e sobrevive da comercialização  
desses resíduos. Nos países desenvolvidos, principalmente na  
Europa, esses problemas estão mais relacionados ao espaço físico  
15 para alocação de rejeitos.

O setor de embalagens constitui um alvo nas  
políticas de gestão de resíduos sólidos, pois pode representar,  
sozinho, aproximadamente, 30% em peso do consumo total de  
plásticos de acordo com dados de mercado nos EUA e Brasil,  
20 conforme citado nos artigos por Duchin, F.; Lange, G. M.  
„Prospects for the recycling of plastics in the United States”.  
*Structural Change and Economic Dynamics*, n.9, p. 307-331, 1998 e  
Forlin, F. J.; Faria, J. A. F. “Considerações sobre a reciclagem  
de embalagens plásticas”. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 12,  
25 p. 1-10, 2002.

Na Europa, a representatividade do setor está em  
torno de 20% em peso da massa total de resíduos sólidos domésticos  
conforme o artigo por Onusseit, H. “Sustainable development during  
production and use of tape.” *in 1<sup>st</sup> AFERA Technical Seminar, 2002,*  
30 *Düsseldorf. Proceedings*, sendo a fração de embalagens plásticas em  
torno de 16%. Apesar de as embalagens de PET representarem apenas  
aproximadamente 3% do total do mercado de plásticos, ou seja, 10%  
do mercado de plásticos destinado ao setor de embalagens, este é  
um mercado altamente especializado, sendo aplicado basicamente no  
35 setor de bebidas carbonatadas, conforme o já citado artigo de  
Duchin e Lange.

Diante desse cenário, na Europa e nos EUA foram estabelecidas por lei as metas de índices de recuperação e reciclagem para os resíduos em geral. A ampliação do mercado do plástico reciclado pela introdução de novas tecnologias com comprometimento entre custo de mercado e aplicação; e flexibilidade e adequação às flutuações de mercado (produção e demanda) são fundamentais, para que essas metas de reciclagem dos plásticos sejam atingidas.

Mundialmente até a década de 90, era proibida a reciclagem de plásticos visando o retorno para aplicações alimentícias. Atualmente essa atividade consta como um dos principais desafios desse setor, pois representa todo um segmento de marketing a ser explorado. No Brasil, inclusive, a pressão externa de multinacionais, o interesse comum do Mercosul e a necessidade de colaborar para a ampliação dos índices de reciclagem tornaram possível uma abertura na legislação brasileira para eventuais empresas recicladoras que desejem exercer suas atividades no país para fins alimentícios.

A abertura desse mercado no Brasil garante a valorização do produto final e conseqüentemente, uma possibilidade de maior rentabilidade das atividades recicladoras.

Trabalhos desenvolvidos pela "National Center for Food Safety and Technology" da FDA conforme artigo por Bayer, F. L. „The threshold of regulation and its application to indirect food additive contaminants in recycled plastics". *Food Additives and Contaminants*, v. 14, n. 6-7, p. 661-670, 1997, mostraram que lavagem com soda cáustica pode remover apenas 30 a 89% dos contaminantes do PET. Essa ineficiência está associada a limitações do meio aquoso convencional em remover contaminantes hidrofóbicos e compostos absorvidos na matriz polimérica, principalmente os apolares, devido à natureza polar do meio de limpeza. A esse respeito, vide os artigos por Welle, F; Franz, R. „Analytical Quality Assurance for PET-Recycling". *Maack Business Services*, Session XII/3, 1-8, 1999 e Komolprasert, V.; Lawson, A. "Effects of aqueous-based washing on removal of hydrocarbons from recycled polyethylene terephthalate (PET)". In: Annual Technical

Conference, 52., 1994. Proceedings, Society of Plastics Engineers, 1994, p. 2906- 2908.

Na etapa de secagem, a remoção dos contaminantes limita-se aos voláteis, independentemente do nível e profundidade de penetração dos mesmos, conforme citado por Pierce, D. E.; Pfeffer, R. L.; Sadler, G. D.- "Rutherford backscattering analysis of contaminants in PET". *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, v. 124, p. 575-578, 1997.

A combinação de lavagem e secagem remove aproximadamente 99% dos contaminantes orgânicos. Porém, esse grau de remoção é considerado insuficiente para aplicações em contato direto com alimentos. A etapa de extrusão também apresenta limitações apesar das altas temperaturas envolvidas, devido à geometria fechada da extrusora e o tempo de residência normalmente curto, conforme Pierce, D. E.; King, D. B.; Sadler, G. D. Analysis of Contaminants in recycled Poly(ethylene terephthalate) by thermal Extraction Gas Chromatography - Mass Spectroscopy. In: American Chemical Society. *Plastics, rubber, and paper recycling*. 1995, cap. 37, p. 458-471.

Por isso, existe uma variedade de outras tentativas, empregando calor, vácuo, fluxo de gás, solventes, tratamentos químicos superficiais e extração com fluido supercrítico (SFE), as quais têm sido testadas experimentalmente e/ou colocadas em prática comercial para viabilizar a aplicação do PET reciclado no mercado de alimentos.

Os processos com maior número de tecnologias disponíveis são processos de descontaminação envolvendo etapas de polimerização no estado sólido (SSP) e suas diversas variantes. A necessidade de adequar a viscosidade intrínseca (IV) dos péletes reciclados, a custos acessíveis, aos processos convencionais de sopro com certeza contribui para essa tendência. Além disso, esses tipos de processos são considerados tecnologias "limpas".

As empresas geradoras da tecnologia são empresas de grande porte, conforme se verifica nas publicações a seguir.

Assim, na patente US 6.436.322 é ensinado um método para a reciclagem de *flakes* de PET onde os flakes são extrudados e granulados sob vácuo, após o que o granulado é pós-

condensado em fase sólida sob vácuo. A extrusão é efetuada de preferência em zonas de ventilação diferenciadas e pós condensação da fase sólida depende da temperatura, vácuo e o tempo despendido em um secador.

5 A patente US 5.876.644 ensina um processo para reciclar poliéster pós-consumo para obter poliéster reciclado com pureza suficientemente elevada para atender os requisitos de embalagem de alimentos. O processo descrito envolve limpar pedaços de poliéster pós-consumo para remover os contaminantes  
10 superficiais; fundir os pedaços de poliéster pós-consumo com a superfície limpa; extrusar o fundido pós-consumo; misturar o fundido de poliéster pós-consumo com um fundido de pré-polímero de poliéster virgem; solidificar e peletizar o fundido assim misturado enquanto o pré-polímero de poliéster virgem permanece  
15 como pré-polímero; e polimerizar os peletes misturados sólidos no estado sólido.

A publicação JP 2002011719 ensina um método para reciclar garrafas de PET, capaz de fabricar uma excelente garrafa de PET reciclada sem impurezas voláteis e impurezas sólidas  
20 estranhas, o processo compreendendo uma etapa de limpeza do *flake* obtido pela moagem da garrafa de PET, a limpeza sendo efetuada com solução aquosa de hidróxido de metal, seguida de polimerização no estado sólido do *flake* limpo, uma etapa de peletização por fusão e granulação do *flake* polimerizado no estado sólido efetuada usando  
25 uma extrusora tendo dispositivo de degasagem e dispositivo de filtração, e uma etapa de moldagem para moldar a garrafa de PET a partir dos péletes assim obtidos.

A patente U.S 6.103.774 ensina um processo para remover contaminantes, que compreende remover contaminantes de um  
30 material de poliéster contaminado a uma temperatura de pelo menos 150°C em presença de uma proporção de equilíbrio de um produto secundário reversível em poliéster.

A patente U.S. 5.899.392 ensina a descontaminação de *flakes* de PET através de um processo que inclui as etapas de  
35 cominuir os *flakes* de PET para produzir partículas de PET e retirar os contaminantes das partículas de PET através de

aquecimento, passagem de um gás sobre as partículas ou imersão em uma solução.

Como pode ser constatada, a distinção entre esses processos baseia-se na ordem das etapas, projeto de equipamento, tipo de atmosfera empregada (vácuo ou gás inerte), tamanho de partícula e na mistura com material virgem. A eficiência dos processos supracitados fica em torno de 99%. Visando uma maior competitividade, normalmente esses processos respeitam apenas os limites de migração específica estabelecidos (10 ppb), aproveitando as boas propriedades de barreira do PET e atingindo níveis de remoção inferiores a 215 ppb. Nesse tipo de processo, a classe de contaminantes considerada mais desafiadora é a não volátil e polar (ex. benzofenona).

De uma forma geral, os processos "super-clean" são processos de extração de contaminantes no PET reciclado. Assim, o conhecimento das propriedades termodinâmicas e de transporte entre as fases presentes é de fundamental importância. Diagramas PVT (pressão x volume x temperatura), dados de solubilidade, viscosidade, coeficiente de difusão, tensões superficiais, entre outros, são parâmetros que foram considerados no desenvolvimento dessa área.

Atualmente, os processos desenvolvidos atingem os níveis de pureza exigidos, porém, normalmente, os tempos de processo são relativamente longos, principalmente considerando altos níveis de contaminação inicial da matéria-prima. Hipótese assumida para permitir a reciclagem de PET para fins alimentícios, inclusive, a partir de embalagens previamente produzidas para fins não alimentícios.

Fan et al. in Fan, G.; Maio, L.; Incarnato, L.; Scarfato, P.; Acierno, D. "The relative significance of biaxial stretch ratio effects on the permeability of oriented PET film". *Packaging Technology and Science*, v. 13, p. 123-132, 2000, puderam constatar que as características difusivas do oxigênio são semelhantes às do gás carbônico. Este último, inclusive, tem sido utilizado em processos "super-clean", justamente, devido a suas características de interação e difusividade no PET. O efeito de co-difusão entre os contaminantes e o oxigênio presente no ar

atmosférico na matriz polimérica permite incrementar a taxa de transferência dos contaminantes conforme Vieth, W. R. "Diffusion in and through polymers - principles and applications". New York: Oxford Univ. Press, 1991, inclusive sob taxas maiores que aquelas observadas sob vácuo ou outro gás inerte de menor massa molar.

Diferenças nas propriedades de transporte do PET tratado termicamente em vácuo e em ar já foram identificadas anteriormente na literatura por Ouyang e Shore "The mass transport in poly(ethylene terephthalate) and related induced-crystallization". *Polymer*, v. 40, p. 5401-5406, 1999.

Por outro lado, a utilização do ar atmosférico em contato com o PET a altas temperaturas é limitada devido à degradação termo-oxidativa e ao amarelamento da resina. A presença de umidade provoca hidrólise e apresenta um caráter acelerador no amarelamento do PET conforme verificado por Santos et al. in Santos, A. S. F.; Medeiros, E. S.; Agnelli, J. A. M.; Manrich, S. "The role of relative air humidity in PET yellowing". In: World Polymer Congress, 2004, Paris, Proceedings...Paris: IUPAC, 2004. No entanto, utilizando condições de umidade e temperaturas adequadas é possível descontaminar o PET sob temperaturas moderadas nessa atmosfera sem causar perdas em suas propriedades estruturais e ópticas

Apesar dos aperfeiçoamentos introduzidos na técnica, esta ainda necessita de um processo de descontaminação de flakes de poli (etileno tereftalato) - PET pós-consumo que otimize o tempo de processo e reduza os custos operacionais e de manutenção por meio da utilização de ar seco sob condições de temperatura, ponto de orvalho e fluxo adequadas para atingir por si só os níveis de pureza exigidos para o PET reciclado para contato direto com alimentos, tal processo sendo descrito e reivindicado no presente pedido. Como o aumento de massa molar do reciclado normalmente também é requerido, ele pode ser obtido incluindo uma segunda etapa seqüencial utilizando gás inerte sob condições de temperatura e fluxo adequados, a qual se empregada deve se tornar complementar no processo de descontaminação como um todo dado suas características extrativas.

### SUMÁRIO DA INVENÇÃO

De um modo amplo, o processo de descontaminação de *flakes* de PET pós-consumo de acordo com a invenção compreende:

a) prover *flakes* de PET pós-consumo limpos;

5 a) em reator de descontaminação, submeter of *flakes* de PET limpos a um fluxo de ar seco, a uma vazão de 3 a 30 m<sup>3</sup>/h, sob temperaturas entre 120°C e 200°C, com ponto de orvalho de -20 a -60°C por pelo menos 15 minutos, para cristalizar, desidratar e descontaminar ditos *flakes*, enquanto a massa molar  
10 dos mesmos é mantida;

b) no mesmo reator, submeter os *flakes* de PET a temperaturas entre 200°C e 250°C e fluxo de gás inerte da ordem de 0,1 a 30 m<sup>3</sup>/h, para efetuar pós-condensação no estado sólido (SSP) dos *flakes* durante pelo menos 10 minutos, obtendo *flakes*  
15 descontaminados, adequados para extrusão;

c) dirigir os *flakes* de PET assim descontaminados próprios para fabricação de garrafas, para uma extrusora;

d) extrudar, na dita extrusora, sob condições de  
20 extrusão, os *flakes* de PET, obtendo um extrudado;

e) dirigir o extrudado obtido para um granulador e recuperar grânulos de PET grau garrafa prontos para moldagem

Alternativamente, os "flakes" de PET e seus comonômeros são descontaminados apenas utilizando fluxo de ar seco  
25 da etapa b).

Ainda alternativamente, na etapa e) de extrusão é empregado agente extensor de cadeia para aumentar a massa molar do PET.

Assim, a invenção provê um processo de  
30 descontaminação de *flakes* de PET previamente limpos colocando em contato os *flakes* com ar seco e gás inerte sob temperaturas moderadas, seguido de extrusão, de modo a recuperar grânulos adequados para moldagem de garrafas com PET 100% reciclado.

A invenção provê ainda *flakes*, granulados ou fios  
35 produzidos, úteis em aplicações como embalagens em contato com alimentos, fios, tubos e chapas de alta resistência, equipamentos e acessórios médicos, seringas e containeres em geral.

### BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

A FIGURA 1 anexa é um fluxograma representativo do processo da invenção.

5 A FIGURA 2 anexa é um gráfico que mostra o decremento exponencial da concentração da benzofenona no PET em diferentes atmosferas sob condições de temperatura e de fluxo de nitrogênio e ar seco idênticas.

### DESCRIÇÃO DETALHADA DAS MODALIDADES PREFERIDAS

10 O *flake* de PET útil para a invenção é proveniente de resíduos de PET alimentício e não-alimentício e é o *flake* pós-consumo limpo por processos de limpeza convencionais, como o contato com uma solução aquosa de surfactante não-iônico em meio básico ou neutro.

15 O *flake* de PET deve ter uma fração de poli (cloreto de vinila) - PVC menor que 5 ppm conforme citado por Scott, D.M. "A two-color near-infrared sensor for sorting recycled plastic waste. *Measurement Science Technology*, v. 6, p.156-159, 1995.

20 Nessas condições, o *flake* é submetido a um fluxo de ar seco com vazão entre 3 e 30 m<sup>3</sup>/h, preferencialmente 10 m<sup>3</sup>/h, sob temperaturas entre 120-200°C por no mínimo 15 min. Nessa etapa os *flakes* de PET são cristalizados, desidratados, descontaminados e têm sua massa molar mantida.

25 Como é bem conhecido na técnica, o ar atmosférico, é seco a partir do uso de dessecantes para obtenção de ponto de orvalho entre -20°C e -60°C.

30 Como o incremento na massa molar do PET é desejável para que o processo de injeção das garrafas seja realizado com aproveitamento máximo, a presente invenção propõe uma próxima etapa de polimerização no estado sólido para aumentar a massa molar dos *flakes* de PET, pois os *flakes* normalmente possuem viscosidade intrínseca menor que  $(0,80 \pm 0,03) \text{ dL.g}^{-1}$ .

35 Assim, a etapa seguinte do processo da invenção, a qual envolve o uso de temperaturas entre 200°C e 250°C e fluxo de gás inerte da ordem de 0,1 a 30 m<sup>3</sup>/h (condições de polimerização no estado sólido ou SSP) permite adequar a viscosidade intrínseca dos *flakes* de acordo com a desejada num

tempo mínimo de 10-15 min. Como os custos associados a esta etapa são relativamente maiores, sua função é recuperar as propriedades originais da resina e complementar a remoção dos contaminantes da etapa sob fluxo de ar seco. Qualquer gás inerte é adequado, como por exemplo, argônio, nitrogênio, etc.

Assim na presente invenção, a descontaminação do PET é realizada basicamente pela utilização de ar seco sob temperaturas moderadas, etapa determinante do tempo de processo.

Ambas as etapas (com ar seco e gás inerte) são realizadas num mesmo dispositivo sob leito fluidizado, apenas alterando as vias de entrada para fluxo de ar ou gás inerte.

Caso necessário ou desejado, outros tipos de dispositivos podem ser utilizados desde que seja garantido o contato uniforme do gás ou ar com a superfície dos *flakes*. Como exemplo tem-se o uso de tambores rotativos, reatores de leito fixo ou tanques agitados. Em reatores de leito fixo, por exemplo, considerações relacionadas a razão L/D são importantes para evitar fluxo preferencial do gás ou ar pelas paredes.

Este dispositivo, para garantir um processamento adequado dos *flakes*, deve estar acoplado diretamente a uma extrusora, próxima etapa da obtenção da resina pós-consumo grau garrafa para fins alimentícios. Antecedendo o funil de alimentação da extrusora é necessário um captador de metal (não representado) para garantir a retenção de partículas metálicas. Uma zona de filtragem (não representada) eficiente na extrusora também é necessária para reter possíveis contaminantes sólidos residuais. Posteriormente, os grânulos obtidos são comercializados preferencialmente já cristalizados e para isso um outro dispositivo com aquecimento entre 100°C e 150°C deve ser empregado por pelo menos 10 segundos.

A conexão com a extrusora pode ser realizada por sucção controlada em função do tempo de residência do material no reator de descontaminação ou outros dispositivos de controle de fluxo de material.

O equipamento de extrusão pode ser qualquer, como de rosca única e sem degasagem, ou de dupla rosca segmentada e com

zona de degasagem e etc, sendo que a escolha pode ser realizada de acordo com a conveniência.

Ainda conforme a invenção, é admitido que na etapa de extrusão seja usado um agente extensor de cadeia, a fim de adequar a viscosidade intrínseca da resina produzida aos níveis  
5 requeridos para o PET grau garrafa, da ordem de  $(0,80 \pm 0,03) \text{ dL.g}^{-1}$ .

E ainda conforme a invenção, alternativamente, as etapas d) e) e f) do processo, relativas às etapas de extrusão, são omitidas sem causar danos ao processo de descontaminação como  
10 um todo.

Especificamente, para a presente invenção, as variáveis determinantes do processo de dessorção são: a temperatura, ponto de orvalho e a concentração do meio externo (fluxo de ar/gás).

No processo da invenção, a distribuição de gás ou ar é uniforme. Ainda, a entrada de ar seco ou gás previamente aquecido é feita por convecção ou com sistema de aquecimento do  
15 *flake* independente por condução.

Características dos contaminantes como difusividade, volatilidade e partição também são de fundamental importância para o ajuste do processo, conforme Pierce, D. E.; King, D. B.; Sadler, G. D. Analysis of Contaminants in recycled Poly(ethylene terephthalate) by thermal Extraction Gas Chromatography - Mass Spectroscopy. In: American Chemical Society.  
20 *Plastics, rubber, and paper recycling*. 1995, cap. 37, p. 458-471.

Foi observada uma maior difusividade do penetrante para as amostras tratadas em ar.

Um esquema representativo da invenção está apresentado na Figura 1.

Nesta Figura estão representadas uma fonte (1) de ar seco e uma fonte de gás inerte (2), preferencialmente nitrogênio, ambos previamente aquecidos por qualquer sistema de aquecimento convencional (não representado), os gases assim aquecidos sendo dirigidos para o reator de descontaminação (4) via  
30 respectivamente as linhas L1 e L2.

É igualmente possível reciclar ar seco para a fonte (1) através da linha L1'.

O sistema de aquecimento (não representado) por resistência no reator (4) pode ser opcional desde que o controle e a preservação da temperatura sejam eficientemente projetados.

5 A entrada do material reciclado limpo com auxílio de bomba (3), via a linha L3 permite transformar o processo de batelada para contínuo.

10 Após o tempo de residência pré-determinado em cada uma das atmosferas propostas, o material descontaminado e com viscosidade intrínseca adequada é transferido para a extrusora (5), processado na forma de grânulos e pré-cristalizado no equipamento (6).

Os grânulos obtidos apresentam pureza adequada para aplicação em alimentos e também podem ser usados em aplicações de alta especificação mecânica.

15 Alternativamente, em vez de grânulos podem ser produzidos fios de alta resistência.

A Figura 2 ilustra a maior eficiência na remoção de contaminantes da atmosfera de ar seco, em relação à atmosfera de nitrogênio sob condições de fluxo e temperatura semelhantes. A  
20 avaliação sob vácuo também foi realizada sob as mesmas condições de temperatura. Essa avaliação foi realizada a partir de quadrados simétricos de PET contaminados em 10% m/v tolueno, 1% m/v benzofenona, 1% m/v eicosano e 1% m/v tricloroetano.

25 Testes foram realizados nos *flakes* previamente contaminados com tolueno, benzofenona e eicosano indicando a aptidão do processo em remover inclusive níveis de contaminantes da ordem de 1000 ppm. Os teores residuais são da ordem de unidades de ppm, os quais migram a níveis inferiores a 10 ppb no simulante do alimento, como exigido pelos órgãos que regulam as  
30 especificações de embalagens plásticas para alimentos, visando a proteção do consumidor final.

Na presente invenção a forma proposta para o processo é promissora em termos de produtividade por explorar as propriedades de difusividade e de interação do ar atmosférico com  
35 o PET. O oxigênio contido no ar atmosférico, aproximadamente 20% em peso, apresenta um certo grau de interação com o PET e

simultaneamente, alta difusividade, facilitando a remoção dos contaminantes da matriz polimérica.

Demonstra-se, portanto que a presente invenção é capaz de produzir PET reciclado para embalagens monocamada com 100% de resina reciclada dentro das especificações exigidas pela FDA, ILSI e Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Além disso, as características técnicas da resina destinada ao processo de injeção também ficam asseguradas mesmo utilizando *flakes* com viscosidade intrínseca inicial de  $0,60 \text{ dL.g}^{-1}$ . Trata-se de uma tecnologia inovadora, competitiva e ambientalmente correta.

O produto granulado ou em fios obtido a partir do processo da invenção é útil em aplicações diversas como embalagens em contato com alimentos, fios, tubos e chapas de alta resistência, equipamentos e acessórios médicos, seringas e containeres em geral.

**REIVINDICAÇÕES**

1. Processo de descontaminação de poliéster reciclado, caracterizado por compreender as etapas de:

f) prover *flakes* de PET pós-consumo limpos;

5 g) em reator (4) de descontaminação, submeter os *flakes* de PET limpos a um fluxo de ar seco proveniente de (1) via a linha L1, a uma vazão de 3 a 30 m<sup>3</sup>/h, sob temperaturas entre 120°C e 200°C, com ponto de orvalho de -20 a -60°C por pelo menos 15 minutos, para cristalizar, desidratar e descontaminar ditos *flakes*, enquanto a massa molar dos mesmos é mantida;

10 h) no mesmo reator (4), submeter os *flakes* de PET a temperaturas entre 200°C e 250°C e fluxo de gás inerte proveniente de (2) via a linha L2, da ordem de 0,1 a 30 m<sup>3</sup>/h, para efetuar pós-condensação dos *flakes* durante pelo menos 10 minutos, obtendo *flakes* descontaminados, adequados para extrusão;

i) dirigir os *flakes* de PET assim descontaminados próprios para fabricação de garrafas, para uma extrusora (5);

20 j) extrudar, na extrusora (5), sob condições de extrusão, os *flakes* de PET, obtendo um extrudado;

k) dirigir o extrudado obtido para um granulador (6) via linha L4 e recuperar grânulos de PET grau garrafa prontos para moldagem.

25 2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado porque o *flake* de PET é de origem de PET alimentício.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado porque o *flake* de PET é de origem não-alimentício.

30 4. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado porque alternativamente, a etapa c) de pós-condensação é omitida.

35 5. Processo de acordo com uma das reivindicações 1, 2, 3 ou 4, caracterizado porque na etapa e) de extrusão é empregado agente extensor de cadeia, caso seja necessário recuperar a massa molar do PET reciclado.

6. Processo de acordo com uma das reivindicações 1, 2, 3 ou 4, caracterizado porque alternativamente, as etapas d),

e) e f) são omitidas sem causar danos ao processo de descontaminação como um todo.

7. Processo de acordo com uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5 ou 6, caracterizado por que é em  
5 batelada.

8. Processo de acordo com uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5 ou 6, caracterizado porque é contínuo, com os *flakes* sendo bombeados para o reator (4) por uma bomba (3) via a linha L3.

10 9. Processo de acordo com uma das reivindicações 1, 2, 3, 5 ou 6, caracterizado porque o gás inerte é nitrogênio.

10. Processo de acordo com uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5 ou 6, caracterizado porque o reator (4) de descontaminação é em leito fluidizado, leito fixo, tambores  
15 rotativos, ou tanques agitados.

11. Processo de acordo com uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5 ou 6, caracterizado porque o *flake* é previamente limpo por qualquer processo convencional.

12. Processo de acordo com uma das reivindicações  
20 1, 2, 3, 4, 5 ou 6, caracterizado por que antecedendo o funil de alimentação da extrusora (5) um captador de metal garante a retenção de partículas metálicas.

13. Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado porque a extrusora (5) é dotada de uma zona de  
25 filtragem para reter quaisquer contaminantes sólidos residuais.

14. Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado porque a extrusora (5) é de rosca única e sem degasagem, compreendendo ainda modelos mais modernos e sofisticados, como por exemplo, dupla rosca segmentada e com zona  
30 de degasagem entre outros.

15. Processo de acordo com uma das reivindicações 1, 2, 3, 4 ou 5, caracterizado porque adicionalmente os grânulos obtidos são cristalizados por aquecimento entre 100°C e 150°C durante pelo menos 10 segundos.

16. Processo de acordo com uma das reivindicações 1, 2, 3, 4 ou 5, caracterizado por que alternativamente, em vez de grânulos podem ser produzidos fios de alta resistência.

17. Uso de flakes, grânulos e fios produzidos no processo de acordo com uma das reivindicações 1, 2, 3, 4, 5 ou 6 , caracterizado por ser utilizado em embalagens de alimentos monocamada com 100% de resina reciclada, em equipamentos e acessórios médicos, em seringas, em fios, tubos e chapas de alta resistência e containeres em geral."

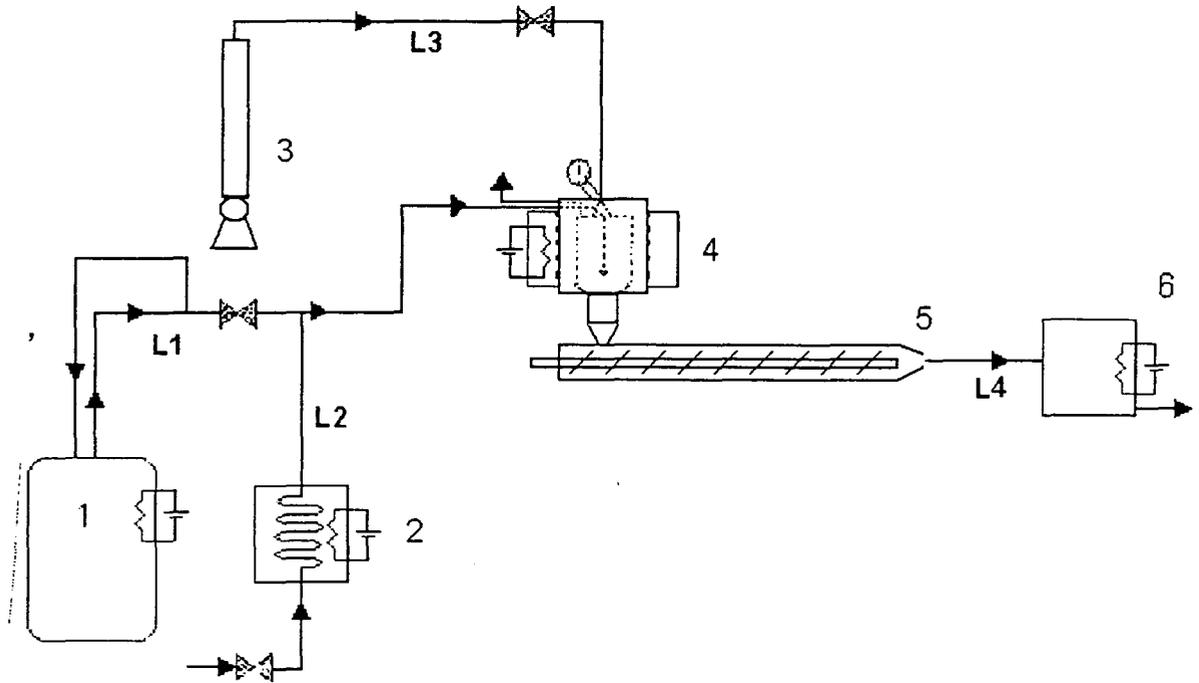


FIG. 1

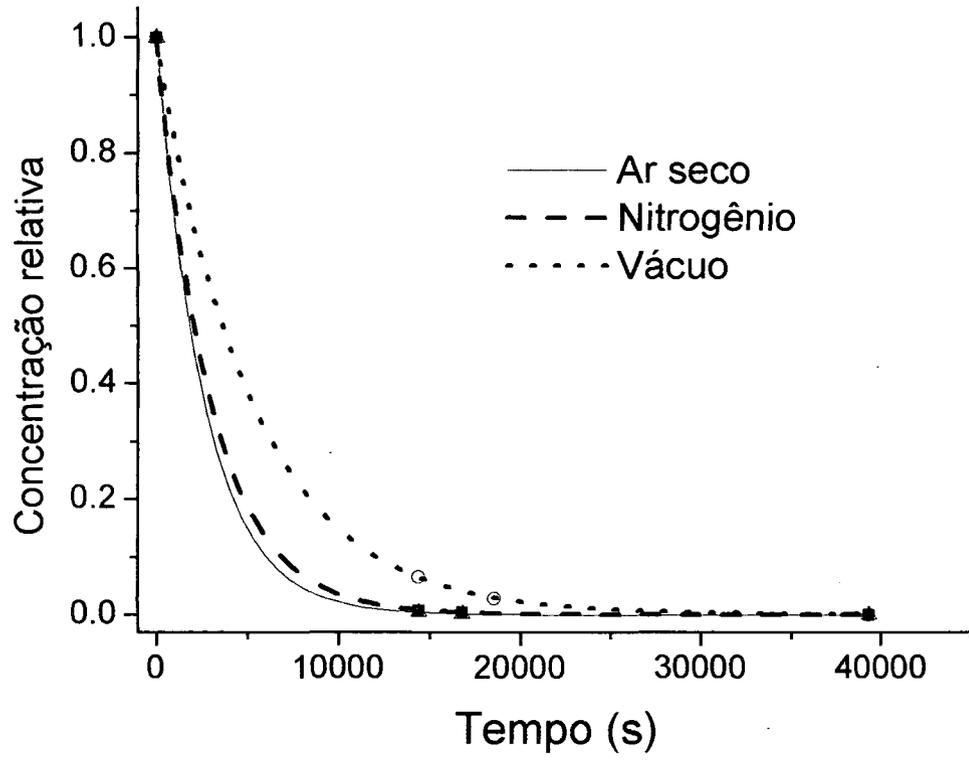


FIG.2

5

RESUMO

PROCESSO DE DESCONTAMINAÇÃO DE POLIÉSTER  
RECICLADO E USO DO MESMO

É descrito um processo de remoção de  
 5 contaminantes de *flakes* de PET limpo utilizando atmosfera de ar  
 seco a 120-200°C/3-30m<sup>3</sup>/h/ponto de orvalho de -20 a -60°C/por pelo  
 menos 15 minutos e gás inerte a 200-250°C/0,1-30 m<sup>3</sup>/h/ por pelo  
 menos 10 minutos, seguido da etapa de extrusão convencional (5),  
 10 granulação em granulador (6) e cristalização. O polímero é  
 processado em reator (4) para obtenção de uma resina reciclada com  
 pureza e características físico-químicas adequadas para aplicação  
 em embalagens alimentícias monocamada 100% de PET reciclado. As  
 variáveis, tempo, temperatura e fluxo de ar ou gás são importantes  
 para o controle da viscosidade, características ópticas e grau de  
 15 descontaminação do polímero. Os padrões de pureza estabelecidos  
 para proteção do consumidor e das propriedades organolépticas do  
 produto envasado estão de acordo com os exigidos pelo FDA, ILSI e  
 ANVISA. O uso do material em grânulos também é descrito.