



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11) Número de publicación: **2 360 853**

51) Int. Cl.:

C08J 3/12 (2006.01)

B29B 9/00 (2006.01)

B29B 9/12 (2006.01)

B29B 13/00 (2006.01)

B01J 2/04 (2006.01)

B01J 2/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96) Número de solicitud europea: **02781040 .7**

96) Fecha de presentación : **03.12.2002**

97) Número de publicación de la solicitud: **1453890**

97) Fecha de publicación de la solicitud: **08.09.2004**

54

Título: **Producción de partículas esféricas a partir de una masa fundida de material plástico.**

30

Prioridad: **11.12.2001 DE 101 60 707**
06.02.2002 DE 102 04 954

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
09.06.2011

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
09.06.2011

73

Titular/es: **BÜHLER AG.**
9240 Uzwil, CH

72

Inventor/es: **Culbert, Brent-Allen;**
Christel, Andreas;
Krumpholz, Erhard;
Jürgens, Theodor y
Geier, Rudolf

74

Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 360 853 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Producción de partículas esféricas a partir de una masa fundida de material plástico

5 La presente invención hace referencia a un método para la producción de partículas esféricas a partir de una masa fundida de material plástico, en particular un prepolímero o bien, una masa fundida de un polímero de un policondensado, por ejemplo, PET, PBT, PEN, PA o PC de ácidos carboxílicos polifuncionales y alcoholes, en donde la masa fundida se vierte en forma de gotas, mediante una boquilla de goteo, y las gotas se solidifican como partículas después de caer a través de, al menos, una porción de una sección de caída.

10 ara la producción de granulado de PET, se conoce el suministro de un precondensado después de la esterificación o bien, transesterificación, y la policondensación previa de glicol etilénico o bien, butandiol en el proceso del PBT, y ácidos tereftálicos, a un reactor sometido a una presión negativa. De esta manera, por una parte, se debe incrementar la viscosidad del polímero en gran parte líquido y de cadena corta, y por otra parte, se suministra nuevamente el glicol etilénico o bien, butandiol que se desprende de la esterificación o bien, de la transesterificación. Después del tratamiento del reactor, el policondensado se enfría en agua y se corta para obtener granulado, para 15 lograr gránulos cilíndricos que son, en gran parte, amorfos. Sin embargo, existe la desventaja de que los extremos presentan salientes que interrumpen, y por consiguiente, pueden provocar una producción de polvo. Por otra parte, resulta una desventaja del método conocido el hecho de que los gránulos, después de su granulación, se encuentren en un estado, en gran parte, amorfo, que en una etapa posterior por separado del tratamiento requiera de una cristalización parcial. Además, perjudica en relación con los costes energéticos y técnicos de la instalación, dado que resultan necesarias las etapas de tratamiento especiales, como la etapa del reactor en la que se somete a 20 una presión negativa, y la cristalización parcial.

25 Para evitar dichas desventajas, de acuerdo con la patente DE 198 49 485 A1, se recomienda que el precondensado fundido se suministre a una columna de caída con una boquilla distribuidora de gotas presente en la zona de cabecera, en donde el precondensado que sale de la boquilla distribuidora de gotas, se expone a un gas inerte como nitrógeno, en la columna de caída en el contraflujo. De esta manera, se reduce la velocidad de caída ante una aceleración simultánea de una cristalización de las gotas. Las partículas que emergen de la base de la columna de caída, se pueden suministrar como gránulos secos y parcialmente cristalizados, después de una postcondensación o bien, de una SSP (policondensación en estado sólido).

Un método correspondiente también se deduce de la patente DE 100 19 508 A1. Además, en el contraflujo las gotas se exponen al aire o a un gas inerte, como nitrógeno.

30 Para poder enfriar un prepolímero de PET líquido de alrededor de 280 °C a 160 °C, y por lo tanto, alcanzar la velocidad de cristalización ventajosa, que se encuentra en el rango de entre 150 °C y 170 °C, se debe extraer un kilogramo de partículas esféricas de PET, más de 220 KJ/Kg de calor. Dado que los gases que se emplean convencionalmente, como aire o nitrógeno, sólo presentan una capacidad calórica reducida (aprox. 1,05 KJ/Kg), a pesar del empleo de grandes diferencias de temperatura para absorber el calor, se requiere de caudales 35 volumétricos y másicos del gas relativamente grandes, para poder enfriar las gotículas de polímero líquidas y calientes. Además, resulta una desventaja que la transmisión térmica de un gas a una sustancia sólida sea relativamente deficiente, de manera que se producen secciones de caída relativamente elevadas, y resulta difícil regular un enfriamiento definido o bien, una temperatura de las gotas, de acuerdo con una determinada altura de caída.

40 Un gas que se calienta, por ejemplo, de 50 °C a 200 °C, puede absorber en total alrededor de 160 KJ/Kg de gas. Por consiguiente, se requiere de un flujo de gas de alrededor de 1,4 Kg de gas/Kg de PET o bien, 1.400 m³ de gas/1.000 Kg de PET. Esto significa que, por ejemplo, cuando se vierte en forma de gotas con 1 t de PET por segundo, en una columna de caída con un diámetro de 1,2 m, se requiere de un flujo de gas de, al menos, 1.400 m³/h.

45 Además, una desventaja de las grandes cantidades de gas, consiste en que se provocan turbulencias y, al menos, flujos transversales interferentes, de manera que existe el riesgo de que las partículas esféricas particularmente adherentes, que pueden presentar un diámetro en el orden de los 0,8 mm, entren en contacto con las paredes del tubo de caída y se adhieran, o también que se adhieran entre sí o bien, que se deformen de manera tal que la geometría final no presente la forma esférica deseada.

50 Para producir esferas de geometría uniforme, compuestas de material plástico, de acuerdo con la patente DE 43 38 212 C2 se recomienda que el material plástico se vierta en forma de gotas con una consistencia fundida mediante la activación de vibraciones de un dispositivo de una boquilla, en donde las gotas producidas de esta manera, se enfrían en un líquido.

El objeto de la presente invención consiste en perfeccionar un método de la clase mencionada en la introducción, de manera que la masa fundida de material plástico mencionada en la introducción, en particular un prepolímero o bien,

- un polímero de un condensado, se vierta en forma de gotas con un caudal deseado elevado, sin que exista el riesgo de una deformación o bien, de la adherencia de las partículas vertidas en forma de gotas, o bien de una aglutinación de las partículas vertidas en forma de gotas entre sí, y/o la adherencia de las partículas en los límites de la sección de caída. Por otra parte, de acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se debe reducir considerablemente el tiempo total durante el cual se postcondensan, en una periferia suficiente, las partículas vertidas en forma de gotas, en comparación con los métodos conocidos.
- Conforme al método, el objeto se resuelve, entre otros, mediante el hecho de que las partículas llegan al extremo de la sección de caída, a una zona receptora, en la que, al menos, una fracción de las partículas se fluidiza de manera tal que se producen turbulencias para mover las partículas en dirección al centro de la zona, y que las partículas en la sección de caída se exponen al contacto con un líquido.
- Por el término "fluidizado" se entiende tanto un movimiento esencialmente estocástico (aleatorio) de las partículas, en el sentido de una fluidización, así como un movimiento esencialmente colectivo (controlado) de las partículas, en donde de esta manera, también existen naturalmente estados de movimientos combinados del "grupo de partículas", con una fracción estocástica y una fracción colectiva del patrón del movimiento.
- El término "solidificado", en la siguiente descripción, hace referencia a partículas esencialmente estables de forma, amorfas y/o cristalinas.
- Preferentemente, en la zona receptora se fluidizan las partículas mediante la vibración de, al menos, una porción de la zona receptora.
- La fluidización de las partículas en la zona receptora se puede realizar también mediante la inyección de un gas a través de una pluralidad de orificios de inyección de gas.
- En una ejecución especial del método conforme a la presente invención, las partículas en la zona receptora se fluidizan mediante un elemento de conformación textil, que es atravesado por gas y sometido a vibraciones, y/o se conducen a una zona, con un elemento con rigidez estructural propia en el extremo de la sección de caída, que es sometida al contacto con gas, de manera que se produzcan turbulencias para el movimiento de las gotas en dirección al centro de la zona.
- La fluidización de las partículas se realiza preferentemente de manera que las partículas fluidizadas formen un lecho fluidizado, en donde las partículas se conducen al lecho fluidizado preferentemente a través de una zona de entrada del lecho fluidizado en la sección de caída, y desde allí se desplacen a una zona de salida del lecho fluidizado, en la que se encuentra el orificio de salida de la zona. Las partículas en el extremo de la sección de caída se dirigen preferentemente hacia la zona de entrada del lecho fluidizado. Dichas medidas garantizan que todas las partículas presenten aproximadamente el mismo tiempo de permanencia, y en particular, al menos, un tiempo de permanencia mínimo determinado mediante la geometría del lecho fluidizado.
- En el método conforme a la presente invención, las partículas en la sección de caída se exponen al contacto con un líquido. El líquido se utiliza preferentemente para intensificar el enfriamiento de las partículas que caen a través de la sección de caída. Conforme a la presente invención, se emplea un líquido para que entre en contacto con las partículas, dado que de esta manera se puede extraer una gran cantidad de calor de las partículas calientes, mediante la evaporación del líquido.
- El objeto de la presente invención dentro del método mencionado en la introducción, también se puede resolver, conforme al método, sólo mediante la exposición de las partículas en la sección de caída al contacto con un líquido.
- Convenientemente, la temperatura de evaporación del líquido mencionado, se encuentra por debajo de la temperatura de fusión de las partículas. De esta manera se garantiza que a las gotas o bien, las partículas solidificadas, se les extraiga una gran cantidad de calor mediante el calor necesario para la transición de fase del líquido.
- Resulta particularmente ventajoso si se utiliza el líquido agua y/o glicol etilénico, en donde particularmente se dosifica la entrada de líquido de manera que las partículas, cuando alcanzan la zona receptora, esencialmente ya no se encuentren humedecidas.
- Preferentemente, el líquido se pulveriza en forma de finas gotículas, de manera tal que las gotas vertidas en forma de gotas mediante la boquilla de goteo, en la sección de caída, se exponen al contacto con una niebla de pulverización. Se ha demostrado que resulta ventajoso cuando la niebla de pulverización se regula de manera tal que su tamaño de gotas corresponda aproximadamente de 1/3 a 1/20 del tamaño de gotas de la masa fundida vertida en forma de gotas.

El líquido también se puede conducir en un gas portador que presenta preferentemente, al menos, uno de los siguientes gases: aire, nitrógeno, dióxido de carbono, argón, vapor de agua o vapor de glicol etilénico.

5 Convenientemente, en el método conforme a la presente invención, las gotas, después de caer a través de, al menos, una porción de la sección de caída, comienzan, al menos, a cristalizarse. De esta manera, se evita en gran parte el riesgo explicado en la introducción, de la aglutinación o bien, de la adherencia de las gotas.

Las gotas sólo se enfrían preferentemente en tanto que su temperatura permanezca por encima de la temperatura de transición vítrea T_g del material plástico. De esta manera, se mantiene reducido el consumo de energía para el recalentamiento (SSP) de las partículas.

10 En otra ejecución ventajosa del método conforme a la presente invención, se recupera la energía térmica de los gases del proceso que se encuentren en la sección de caída, como aire, nitrógeno, dióxido de carbono, argón, vapor de agua o vapor de glicol etilénico.

15 De acuerdo con un perfeccionamiento conveniente del método conforme a la presente invención, las partículas esféricas o casi esféricas se conducen a una etapa de cristalización, después de abandonar la zona receptora. En dicha etapa se continúan cristalizando o bien, se cristalizan por completo las partículas que presentan, al menos, una cristalización incipiente.

20 En otro perfeccionamiento ventajoso del método conforme a la presente invención, las partículas esféricas se conducen a una etapa de postcondensación para la policondensación de estado sólido, después de atravesar una o una pluralidad de etapas de cristalización (sección de caída, etapa de cristalización). De esta manera, se pueden obtener partículas esféricas que resultan particularmente ventajosas para el procesamiento posterior (conformación mediante moldeo por inyección, conformación por soplado y distensión, etc.) de objetos de uso corriente, debido a las propiedades de su material y a su forma geométrica.

Preferentemente, la zona receptora conforme a la presente invención se expone al contacto, en forma de impulsos, con un gas como el aire.

25 Para el método conforme a la presente invención, también resulta ventajoso que la zona receptora se conforme en forma de embudo, y del lado de las gotas presente orificios que son atravesados por el gas y que se extienden de manera tal que las gotas se desplacen o bien, se fluidicen tangencialmente a lo largo de la superficie interior de la zona en forma de embudo.

La exposición de la zona receptora se puede realizar, por ejemplo, mediante un gas con una evolución sinusoidal de la presión.

30 Se ha demostrado que resulta particularmente ventajoso que el gas entre en contacto, en forma de impulsos, con la zona receptora, con una frecuencia f de preferentemente $1 \text{ Hz} \leq f \leq 30 \text{ Hz}$, en particular $1 \text{ Hz} \leq f \leq 10 \text{ Hz}$.

Además, resulta ventajoso que el gas atraviese la zona receptora con una velocidad máxima v de $v \leq 4 \text{ m/seg.}$, en particular $v \leq 3 \text{ m/seg.}$, preferentemente $v \leq 1 \text{ m/seg.}$

35 Además, resulta ventajoso que el gas someta a la zona receptora a una presión p de $0 \text{ mbar} \leq p \leq 200 \text{ mbar}$, en particular $0 \text{ mbar} \leq p \leq 150 \text{ mbar}$, por encima de la presión atmosférica.

En particular, se prevé que en la zona receptora se utilicen orificios con una abertura de malla $d \leq 80\%$, en particular $d \leq 30\%$ del diámetro medio de las partículas.

40 En otro perfeccionamiento ventajoso del método conforme a la presente invención, del dispositivo de cristalización se extrae una fracción de las partículas cristalizadas en forma de esferas o, al menos, con una cristalización incipiente, y por encima de la zona receptora, se suministran nuevamente a las gotas que caen atravesando la sección de caída. Preferentemente, alrededor del 10 al 50% de las partículas esféricas extraídas del dispositivo de cristalización se conducen nuevamente a la zona receptora.

45 A la masa fundida se le puede agregar, inmediatamente antes de verterla en forma de gotas, un extensor de cadena que acelera la postcondensación, en donde la fracción del extendedor de cadena en la masa fundida a verter en forma de gotas, asciende a $< 0.5\%$ en peso.

Preferentemente, el extendedor de cadena se adiciona a la masa fundida en una cantidad tal, de manera que surta efecto después un periodo de tiempo menor a 10 minutos, en particular después de un tiempo de entre 1 min. y 10

min. Como extendedor de cadena se considera, por ejemplo, un extendedor de cadena a base de polialcohol, dianhídrido de un ácido tetracarboxílico, pentaeritrita u oxazolinas.

5 Convenientemente, las gotas se someten en, al menos, una porción de la sección de caída, a un contraflujo o a un flujo paralelo que es preferentemente laminar, en donde el contraflujo se retira con una velocidad menor a 0,2 m/seg., preferentemente menor a 0,1 m/seg., y el flujo paralelo se retira con una velocidad menor a 1 m/seg., preferentemente menor a 0,5 m/seg.

10 En otro acondicionamiento ventajoso de la presente invención, el gas que atraviesa la zona receptora circula a través de un primer circuito, en donde se suministra una fracción del gas a una unidad de limpieza, en la que el gas se limpia y se enfría, con el fin de suministrarlo, a continuación, nuevamente al circuito. Además, la conducción del gas en la unidad de limpieza se realiza preferentemente con el contraflujo o bien, con el flujo paralelo, en relación con un circuito de glicol.

15 El elemento de conformación textil que forma la zona receptora, de acuerdo con una primera ejecución del método conforme a la presente invención, conforma preferentemente un embudo, a través del cual se conducen las gotas o bien, las partículas al dispositivo de cristalización, y después a la etapa de la postcondensación. El elemento de conformación textil que provoca la fluidización, cumple la función de una etapa de precristalización.

20 De acuerdo con una segunda ejecución, el elemento con rigidez estructural propia, en forma de embudo, que conforma la zona receptora, como por ejemplo chapa ("Chapa Conidur"®) opera con orificios dispuestos de manera particular. Dicha chapa posee orificios dispuestos de manera particular, con una geometría especial, que producen turbulencias mediante el gas que circula directamente detrás del paso, que arrastran las gotas o bien, las partículas en la dirección al centro del embudo. Así como en el caso del elemento de conformación textil, el flujo de gas intermitente evita la adherencia de las gotas o bien, las partículas entre sí, y la adherencia de las partículas en los dispositivos o bien, en los límites de la sección de caída. Por consiguiente, el elemento con rigidez estructural propia, en forma de embudo, también cumple la función de una etapa de precristalización.

25 De acuerdo con una tercera ejecución, el lecho fluidizado que conforma la zona receptora, permite conservar las partículas absorbidas o recogidas después de atravesar la sección de caída, en un estado fluidizado, en el que se excluye prácticamente la posibilidad de una aglutinación recíproca o bien, de una adherencia de las partículas en los límites. Por otra parte, el estado fluidizado de las partículas en el lecho fluidizado permite un amplio margen en la conformación geométrica de la zona receptora.

30 Mediante el principio conforme a la presente invención, de acuerdo con su fundamento, para la cristalización incipiente de las gotas o bien, de las partículas, ya no resulta necesario exponer dichas partículas al contacto con elevados flujos de gas, sino que basta con que las partículas se fluidicen, por ejemplo, a través del elemento de conformación textil, para lograr un endurecimiento de su periferia. Dicho endurecimiento permite que se realice la cristalización a continuación o bien, la postcondensación, sin que las partículas se adhieran entre sí o se deformen en su periferia, y que las gotas finales solidificadas en partículas no presenten la forma esférica deseada. El principio conforme a la presente invención permite la producción de partículas con un diámetro de 0,1 - 3 mm, en particular de 0,4 - 1,6 mm.

35 En particular, la presente invención prevé que las gotas se fluidicen mediante el lecho fluidizado o bien, mediante la tela vibrante o bien, mediante el elemento con rigidez estructural propia en forma de embudo, como un elemento de chapa con orificios dispuestos especialmente, en cuyo lado dirigido hacia el producto, el gas que provoca vibraciones, produce turbulencias y flujos, de manera tal que se evita una adherencia de las gotas entre sí y sobre la tela o bien, el elemento.

40 Dado que las gotas, cuando impactan, se lanzan alejándose del elemento de conformación textil vibrante, que se trata particularmente de un elemento de politetrafluoretileno (teflón) que presenta perforaciones, por una parte, no se produce una adherencia al elemento de conformación textil, y por otra parte, la adherencia de las partículas entre sí es de una duración sumamente reducida, debido a los impulsos transmitidos, de manera que no se produce una aglutinación.

45 Cuando se utiliza la chapa conformada en forma de embudo, las turbulencias que se forman inmediatamente detrás de los orificios, garantizan que no se produzcan ni la adherencia a la chapa, ni una aglutinación de las gotas.

50 En particular, se prevé que el elemento de conformación textil presente perforaciones con una abertura de malla d de $d \leq 0,2$ mm, en particular $d \leq 0,1$ mm.

Además, el gas que atraviesa el elemento de conformación textil, en dicha zona debe presentar una temperatura de entre 80°C y 170°C.

Los dimensionamientos o bien, los parámetros correspondientes son válidos también para la chapa en forma de embudo ("Chapa Conidur"®) o bien, el gas que circula por dicha chapa.

El gas se puede conducir a través de un circuito, en el cual se encuentra dispuesto un intercambiador de calor. Mediante dicho dispositivo, cuando se comienza el vertido en forma de gotas, sólo se requiere un calentamiento del gas, como el aire. La siguiente regulación de la temperatura se produce, por una parte, mediante la transmisión térmica de las gotas y, por otra parte, debido a que una fracción del gas que se conduce en un circuito, se evacua y se conduce a una unidad de limpieza que comprende un circuito de glicol. Además, se produce simultáneamente un enfriamiento del gas, que después se conduce nuevamente al circuito. Mediante la limpieza del gas, se retiran al mismo tiempo oligómeros.

En otro acondicionamiento destacado de la presente invención, se prevé que el dispositivo de cristalización dispuesto a continuación del elemento de conformación textil o bien, del elemento de chapa en forma de embudo, o del lecho fluidizado o de un elemento que cumpla la misma función, se conforme de manera tal que se extraiga una fracción de las gotas cristalizadas en forma de esferas o bien, con una cristalización incipiente, y se conduzcan por encima del elemento de conformación textil hacia la sección de caída. Además, alrededor del 10 - 50% de las esferas extraídas del dispositivo de cristalización se deben introducir nuevamente.

Las esferas se conducen desde el dispositivo de cristalización a través de una esclusa a la etapa de policondensación posterior, en donde en la esclusa las esferas se regulan a una presión ambiente p de $p \leq 2$ mbar, en particular $p \leq 0,5$ mbar. La propia esclusa se puede cerrar del lado de entrada y del lado de salida mediante un elemento de cierre, que se conforma, por ejemplo, como un diafragma de iris u otro elemento de cierre apropiado, para impedir una destrucción de las esferas. Una esclusa correspondiente se debería disponer a continuación esencialmente de la etapa de policondensación posterior, para regular las esferas a la presión atmosférica, sin que tampoco exista el riesgo de un ingreso de oxígeno en la etapa de policondensación posterior. En lugar de dicha "SSP en vacío", se puede agregar también una postcondensación bajo la acción de un flujo de gas inerte. Se pueden utilizar tanto el método continuo como el método discontinuo.

En la propia etapa de policondensación posterior, las esferas se conducen a una etapa de postcondensación que funciona bajo vacío, preferentemente en forma de una eje que gira lentamente, en donde debido a un perfeccionamiento propio de la presente invención, se puede lograr un tiempo de permanencia menor a 15 horas, en particular en el margen de entre 8 y 12 horas, debido a que a la masa fundida se le agrega, poco antes de verterla en forma de gotas, un extensor de cadena (chain extender) que se conoce en la extrusión de material plástico. De todas formas, el extensor de cadena, mediante el cual se unen los grupos hidroxilos en el polímero y se incrementa muy rápidamente el peso molecular, se agrega justo antes del vertido en forma de gotas de la masa fundida, de manera que la viscosidad de la masa fundida no influya negativamente en la formación de las gotas. Al mismo tiempo, la sección de caída y el tiempo de permanencia en la etapa de cristalización se coordinan entre sí, de manera tal que la acción del extensor de cadena se puede desarrollar esencialmente en la etapa de policondensación posterior. Por lo tanto, el extensor de cadena se debe seleccionar y agregar a la masa fundida en un volumen, de manera que el extensor de cadena surta efecto en el intervalo de tiempo de 1 - 10 minutos después de la adición. Las familias químicas para extensores de cadena correspondientes, son la pentaeritrita o los polialcoholes. Los extensores preferidos son las oxazolininas, como por ejemplo, oxazolina de soja, oxazolina de ricino o bisoxazolina. En este aspecto, también se remite a la revelación de materiales plásticos 83 (1993, 8, S. 885 - 888), así como a la declaración de una empresa "Tecnología de asas, plásticos y revestimientos, PM Europa/extranjeros, mayo de 1994, oxazolininas para la extrusión reactiva".

En particular, la fracción del extensor de cadena en la masa fundida debe ser menor a 0,5% en peso, preferentemente menor a 0,2% en peso. Además, la masa fundida se debe regular de manera que cuando se vierta en forma de gotas, su viscosidad (i.V.) intrínseca sea $i.V. \leq 0,4$ dl/g, en particular $0,1$ dl/g $\leq i.V. \leq 0,35$ dl/g.

Mediante la pulverización de líquido como, en particular, agua, en la sección de caída se puede lograr, de manera ventajosa, un enfriamiento deseado de la masa fundida vertida en forma de gotas, sin que se requiera de un caudal demasiado grande, que de lo contrario, podría provocar una fluidización de las gotas, y de esta manera, una aglutinación de dichas gotas entre sí, o una adherencia a las paredes.

Además, la niebla de pulverización, como la niebla de pulverización de agua, se debe dosificar de manera que la temperatura del gas o bien, de las gotículas, que se mide con una distancia de unos metros, por debajo de la niebla de pulverización, regule la temperatura de cristalización óptima.

Un medio líquido, como por ejemplo el agua, presenta una entalpía de vaporización de alrededor de 2.400 KJ/Kg, y un incremento de la temperatura del vapor de alrededor de 100 °C a 200 °C, se requieren adicionalmente 200 KJ/Kg. Por lo tanto, para enfriar 1t de PET de 280 °C a 160 °C, se requiere de una cantidad de agua de sólo 80 Kg de agua/t de PET. El líquido correspondiente, conforme a la presente invención, se aplica en forma de gotículas de agua pulverizada muy reducidas, en la inmediata proximidad de las gotas que caen de la sección de caída, y dicho

líquido se rocía de forma anular alrededor de dichas gotas. Por consiguiente, se produce una evaporación inmediata de las gotículas de agua, de manera que como consecuencia se puedan evacuar mayores cantidades de calor de las gotas.

5 En particular, existe la posibilidad de que las gotas fluyan con una velocidad relativamente reducida, de manera que, por una parte, se pueda conformar un flujo laminar, y por otra parte, no se dificulte el movimiento descendente de las gotículas. Adicionalmente, el vapor de agua que se produce en la evaporación, presenta la ventaja de una inercia de las gotas, de manera que, en particular, se excluyan sedimentaciones indeseadas en la zona de la boquilla de goteo.

10 La ejecución de método conforme a la presente invención, se realiza mediante un sistema para la producción de partículas esféricas de material plástico de la clase mencionada en la introducción, que se caracteriza particularmente porque la sección de caída pasa a una zona receptora, en la que, al menos, una fracción de las partículas se fluidiza de manera que surjan turbulencias para el movimiento de las partículas en dirección al centro de la zona.

15 El sistema para la producción de partículas esféricas de material plástico de la clase mencionada en la introducción, se caracteriza particularmente también porque a la columna de caída se asocia a un dispositivo para exponer a las partículas al contacto con un líquido. La zona receptora dispuesta debajo de la sección de caída o bien, en la zona inferior de la columna de caída, se conforma preferentemente con forma de embudo.

Preferentemente, al menos, una porción de la zona receptora se puede hacer vibrar mediante medios de vibración.

Preferentemente, la zona receptora se puede inyectar con gas mediante una pluralidad de orificios para la inyección de gas.

20 En una ejecución especial del sistema, la sección de caída pasa a un receptor en forma de embudo, que está limitado en su periferia por un elemento vibrante de conformación textil y/o un elemento con rigidez estructural propia, que presenta orificios.

25 Preferentemente, la zona receptora se estructura de manera tal que dicha zona presente una zona de entrada definida y una zona de salida definida. En el final de la sección de caída o bien, en el extremo inferior de la columna de caída, se pueden proveer medios de desviación con los que se pueden dirigir las partículas hacia la zona de entrada. Alternativamente, los orificios de salida para la masa fundida del dispositivo de boquillas se pueden disponer en una zona del dispositivo de la boquilla, que se encuentra vertical sobre la zona de entrada, y que presenta esencialmente el mismo plano horizontal que la zona de entrada. En este contexto, resulta particularmente ventajoso cuando, al menos, una parte de los orificios de salida de la masa fundida del dispositivo de la boquilla, se encuentran dispuestos de forma angular en relación con los ejes verticales. Mediante dichas medidas, se garantiza que las partículas se conduzcan hacia la zona receptora a través de una zona de entrada definida.

30

En una ejecución particularmente ventajosa del sistema, en la columna de caída se disponen medios de dispersión, con los cuales se puede introducir un líquido pulverizado en la sección de caída.

35 Por otra parte, pueden existir medios para la recuperación de la energía térmica, mediante los cuales se puede recuperar el calor de proceso que contienen los gases del proceso presentes en la columna de caída.

En un acondicionamiento que continua el sistema, a la zona receptora se conecta una etapa de cristalización.

Adicionalmente, se puede disponer a continuación de una o una pluralidad de etapas de cristalización, una etapa de postcondensación para la policondensación de estado sólido (SSP), para la cual se dispone una SSP en vacío o una SSP bajo la acción de un gas inerte.

40 Preferentemente, la zona receptora se puede exponer al contacto con un gas que provoca vibraciones, como por ejemplo, aire. De esta manera, se puede lograr una turbulencia o bien, una fluidización particularmente efectiva de las partículas que llegan a la zona receptora.

45 La zona receptora conforme a la presente invención, puede ser un elemento de conformación textil que se encuentre fijado a un embudo, como por ejemplo, un embudo de metal o de acero inoxidable, y se puede separar de su superficie interior de manera que en el espacio intermedio existente entre el elemento de conformación textil y el embudo, desemboque un conducto en el cual se encuentra dispuesto un elemento de cierre que libera o bien, cierra el conducto. En lugar del elemento de conformación textil, la zona receptora también puede ser un elemento con rigidez estructural propia, que se encuentre rodeado con una separación por un elemento de embudo, de manera que en el espacio intermedio existente entre el elemento con rigidez estructural propia y el elemento de embudo, de manera similar a lo descrito en el párrafo precedente, desemboque un conducto en el cual se encuentra dispuesto un elemento de cierre que libera o bien, cierra el conducto.

50

En lugar de un elemento de conformación textil o de un elemento con rigidez estructural propia, la zona receptora también puede ser una cámara de lecho fluidizado que se encuentre conectada con una cámara de entrada de gas, preferentemente mediante una pluralidad de orificios de inyección de gas, en la que desemboca un conducto, en el cual se encuentra dispuesto un elemento de cierre que libera o bien, cierra el conducto.

- 5 El sistema está diseñado preferentemente de manera tal que el gas que provoca vibraciones se pueda conducir al espacio intermedio con una frecuencia f , en donde la frecuencia f asciende en particular a $1 \text{ Hz} \leq f \leq 30 \text{ Hz}$, preferentemente $1 \text{ Hz} \leq f \leq 10 \text{ Hz}$.

10 Resulta particularmente conveniente cuando los orificios de la zona receptora se conforman de manera que el gas que atraviesa dichos orificios, circule a lo largo de la superficie interior de la zona receptora, en particular de manera turbulenta.

También resulta ventajoso, cuando los orificios se conforman de manera que el gas que atraviesa dichos orificios, circule tangencialmente en relación con la superficie interior del elemento con rigidez estructural propia.

Preferentemente, el gas se puede conducir al espacio intermedio del sistema, con una evolución sinusoidal de la presión.

- 15 Resulta particularmente conveniente, cuando la zona receptora es antiadherente, y se compone, en particular, de politetrafluoretileno.

Preferentemente, la zona receptora presenta orificios con una abertura de malla d de preferentemente $d \leq 0,6 \text{ mm}$, en particular $d \leq 0,3 \text{ mm}$. Dicho ajuste de la abertura de malla resulta apropiado para las partículas con un diámetro de esfera de aproximadamente 0,8 a 1,2 mm.

- 20 Un acondicionamiento particularmente ventajoso del sistema, presenta un primer circuito, a través del cual circula el gas que atraviesa la zona receptora, y desde el cual se aparta una derivación que se extiende a lo largo de la sección de caída, a una distancia A desde la sección de caída, en donde por encima de la distancia A se encuentra dispuesto un elemento anular que suministra niebla de pulverización, que rodea la sección de caída, y que está provisto de boquillas pulverizadoras. El elemento anular permite una pulverización homogénea de las partículas que atraviesan la sección de caída, con un fluido de enfriamiento que humedece las partículas y, mediante su evaporación, enfría las partículas.
- 25

Preferentemente, el elemento anular que presenta boquillas pulverizadoras, se encuentra dispuesto en un segundo circuito que se aparta de su lado de la sección de caída, por debajo del dispositivo de boquillas que vierte la masa fundida en forma de gotas.

- 30 Preferentemente, una fracción del gas que se conduce en el circuito restante, se puede conducir a una unidad de limpieza con un circuito de glicol. Por consiguiente, el propio glicol calentado y conducido en el circuito de limpieza, se puede utilizar para la esterificación.

Convenientemente, el dispositivo de cristalización presenta un orificio de entrada, que al mismo tiempo es el orificio de salida de la zona receptora en forma de embudo.

- 35 Además, resulta ventajoso cuando el dispositivo de cristalización se encuentra dispuesto en otro circuito, a través del cual se puede conducir una fracción de las esferas cristalizadas en el dispositivo de cristalización, por encima del embudo o bien, del elemento con rigidez estructural propia de la sección de caída.

40 Preferentemente, la etapa de postcondensación, que puede existir eventualmente, se encuentra dispuesta antes y/o después de una esclusa, que se puede cerrar tanto del lado de la entrada y/o de la salida mediante un elemento de cierre conformado preferentemente como un diafragma de iris.

Resulta conveniente cuando en el sistema, el dispositivo de boquillas conformado particularmente como una placa de boquillas que se puede hacer vibrar, se encuentre conectado con un conducto que suministra la masa fundida, en el cual desemboca otro conducto inmediatamente antes del elemento de boquilla, o en el propio elemento de boquilla, que se encuentre conectado con un recipiente para un extendedor de cadena de material plástico.

- 45 El elemento de conformación textil o el elemento con rigidez estructural propia, como la chapa de metal, puede estar fijada a un embudo como un embudo de metal o bien, de acero inoxidable, y se puede extender a lo largo de dicha superficie interior, en donde entre el elemento de conformación textil o el elemento con rigidez estructural propia, como una chapa de metal, y el embudo, desemboca un conducto a través del cual se conduce el gas, como por ejemplo aire. En el propio conducto se provee un elemento de cierre que libera o bien, cierra el conducto, como una válvula giratoria, a través de la cual se puede conducir el gas que provoca vibraciones al espacio intermedio con una
- 50

frecuencia v deseada, en donde la frecuencia f asciende en particular a $1 \text{ Hz} \leq f \leq 30 \text{ Hz}$, preferentemente $1 \text{ Hz} \leq f \leq 5 \text{ Hz}$. Independientemente de ello, la evolución de la presión en el gas debe ser sinusoidal.

5 En el caso del elemento de conformación textil, se trata en particular de un elemento compuesto de politetrafluoretileno (teflón), que presenta perforaciones con una abertura de malla d de preferentemente $d \leq 0,2 \text{ mm}$, en particular $d \leq 0,1 \text{ mm}$.

10 En el caso del elemento con rigidez estructural propia, en forma de embudo, como la chapa de metal o bien, en el caso de la cámara de lecho fluidizado, se trata de un elemento que presenta aberturas de malla similares a las del elemento de conformación textil. Sin embargo, las perforaciones o bien, orificios se disponen de manera que el gas que provoca vibraciones sea turbulento, y se desplace preferentemente de manera tangencial a lo largo de la superficie interior y en dirección a la boca, preferentemente en forma de embudo.

El gas que atraviesa la cámara de lecho fluidizado o bien, el elemento de conformación textil o el elemento con rigidez estructural propia, circula en un primer circuito, desde el cual se aparta una derivación que se extiende a lo largo de la sección de caída, a una distancia A (ver fig. 1) desde la sección de caída.

15 Por encima de la distancia A , se encuentra dispuesto un elemento anular que presenta boquillas que rodean la sección de caída y que suministran niebla de pulverización. De esta manera, se garantiza una distribución precisa de gotículas de líquido en dirección a las gotas que descienden, con el fin de extraer calor en la periferia requerida. La propia niebla de pulverización se conduce en la sección de un segundo circuito, que por su lado se aparta de la sección de caída, por debajo de la boquilla de goteo que vierte en forma de gotas la masa fundida.

20 Una fracción del gas que se conduce en el primer circuito, se suministra a una unidad de limpieza con un circuito de glicol, por una parte, para limpiar el gas y, por otra parte, para enfriarlo. De esta manera, se regula la temperatura en el circuito de manera que el gas en la zona receptora o bien, en el embudo, presente una temperatura de entre 80°C y 170°C .

25 El dispositivo de cristalización presenta un orificio de entrada, que corresponde al orificio de la sección transversal del embudo. Además, el dispositivo de cristalización se encuentra dispuesto en un tercer circuito, a través del cual se puede conducir nuevamente una fracción de las esferas cristalizadas en el dispositivo de cristalización, por encima del embudo, hacia la sección de caída. Mediante dichas medidas, se garantiza que las gotas conducidas a la postcondensación se cristalicen en una periferia, de manera que se evite una adherencia.

30 El dispositivo de postcondensación o de policondensación posterior, presenta una esclusa dispuesta antes y/o después, que se puede cerrar tanto del lado de la entrada y/o de la salida mediante un elemento de cierre conformado preferentemente como un diafragma de iris o una esclusa de rueda celular, o bien otro elemento apropiado que cumpla la misma función.

Mediante dicho sistema de esclusas, por una parte se garantiza que en el dispositivo de postcondensación no pueda penetrar oxígeno. Mediante el empleo de los elementos de cierre conformados como diafragma de iris o bien, los elementos que cumplen la misma función, se evita una destrucción de las esferas a suministrar o bien, a evacuar.

35 Una recomendación independiente como solución de la presente invención, prevé que el dispositivo de boquillas conformado particularmente como una placa de boquillas que se puede hacer vibrar, se encuentre conectado con un conducto que suministra la masa fundida, en el cual desemboca otro conducto inmediatamente antes de la boquilla, o en la propia boquilla, que se encuentre conectado con un recipiente para un extendedor de cadena de material plástico.

40 Otros detalles, ventajas y características de la presente invención se deducen no sólo de las reivindicaciones y de las características que se deducen ellas, por sí mismas y/o en combinación, sino que también se deducen de la siguiente descripción de los ejemplos de ejecución preferidos, que se deducen de los dibujos.

Se muestran:

45 Fig. 1 una representación básica de un corte de un sistema para la producción de partículas esféricas a partir de un polímero o bien, un prepolímero,

Fig. 2 una representación básica de otro corte de un sistema para la cristalización y la policondensación posterior de partículas esféricas,

Fig. 3 una primera forma de ejecución de una columna de caída del sistema, de acuerdo con la fig. 1 en una representación básica,

Fig. 4 una segunda forma de ejecución de una columna de caída del sistema, de acuerdo con la fig. 1 en una representación básica, y

Fig. 5 una representación básica de un embudo.

5 Para producir partículas esféricas de un polímero o bien, un prepolímero, en particular de ácidos carboxílicos polifuncionales y alcoholes, en particular para la producción de gránulos de PET de forma esférica (tereftalato de polietileno), se conduce un precondensado de poliéster, desde una etapa de preparación de la masa, no representada, a una etapa de esterificación para ácidos tereftálicos y glicol etilénico, y a continuación, a una etapa de policondensación previa sometida a vacío, con una temperatura del producto de alrededor de 260 °C bis 280 °C, y una viscosidad intrínseca IV de 0,10 a 0,35 dl/g, a través de un intercambiador de calor y un filtro de una placa de boquillas 10, mediante los cuales se vierte en forma de gotas el precondensado bien filtrado. En el caso que se deban producir gránulos de PBT, el condensado de poliéster presenta una temperatura de producto de entre 220 °C y 260 °C, y una viscosidad intrínseca de entre 0,1 y 0,5 dl/g.

15 La placa de boquillas 10 se puede hacer vibrar, y presenta orificios de salida dispuestos particularmente en círculos concéntricos. Sin embargo, en este aspecto, se remite a dispositivos conocidos. El dispositivo excitador de vibraciones, el cual puede ser un excitador de vibraciones electromagnético, parte de una estructura de soporte, para provocar vibraciones en la placa de boquillas. Las frecuencias con las que se provocan vibraciones en la placa de boquillas 10, pueden encontrarse en el rango de entre 200 Hz y 2000 Hz. El diámetro de los orificios de la placa de boquillas 10, debe encontrarse en el rango de entre los 0,2 mm y 0,8 mm. Además, el condensado de poliéster se debe suministrar a la placa de boquillas 10 con una sobrepresión de, por ejemplo, 0,2 bar a 1 bar. La placa de boquillas 10 también se calienta uniformemente, en donde se debe seleccionar particularmente una temperatura en el rango de entre 250 °C y 290 °C para la producción de gránulos de PET, y entre 220 °C y 270 °C para la producción de gránulos de PBT.

25 En el ejemplo de ejecución, se puede disponer la placa de boquillas 10 en la zona de cabecera de una columna de caída 12, dentro de la cual los prepolímeros fundidos y vertidos en forma de gotas mediante la placa de boquillas 10, se vierten regularmente en partículas en forma de gotas, de igual tamaño y de igual forma. Además, la longitud de la columna de caída puede encontrarse en el rango de, por ejemplo, 10 a 15 m, o eventualmente también por debajo de dicho rango. La columna de caída 12 se observa en las fig. 3 y 4 aumentadas. Además, la estructura de la columna de caída es la misma. De esta manera, las formas de ejecución de las fig. 3 y 4 se diferencian entre sí, dado que en el conducto 14 que conduce el precondensado a la placa de boquillas 10, en la fig. 4, desemboca un conducto adicional 16, a través del cual se conduce un extendedor de cadena (chain extender) al prepolímero fundido en una cantidad que asciende a alrededor de 0,5% en peso o menor. Mediante el extendedor de cadena, los grupos hidroxilos del prepolímero se unen ante un incremento simultáneo y discontinuo del peso molecular. Los extensores de cadena correspondientes pertenecen, por ejemplo, a las familias químicas como polialcohol o pentaeritrita. En particular, se deben considerar las oxazolinas.

35 Los extensores de cadena correspondientes que se conducen a través del conducto 16, se suministran en un punto del prepolímero fundido, de manera que no varíe la viscosidad intrínseca cuando se vierte en forma de gotas, por lo que, de lo contrario, se podrían presentar desventajas en el propio vertido en forma de gotas. Al mismo tiempo, de acuerdo al fundamento, la extensión de cadena se selecciona en una cantidad, de manera tal que surta efecto justo en una etapa, que se explica a continuación, de postcondensación o de policondensación posterior 18.

40 La columna de caída 12 presenta un sistema de boquillas 20 de forma anular, separado de la placa de boquillas 10 o un elemento que cumpla la misma función, que comprende una pluralidad de boquillas, con el fin de pulverizar partículas de líquido en la columna de caída 12, en donde se trata particularmente de agua. Además, el líquido se debe pulverizar en un volumen, de manera que las partículas de pulverización presenten diámetros que correspondan a 1/3 hasta 1/20 de las gotas del polímero 22.

45 Dichas gotas ascienden preferentemente a 0,8 mm, mientras que las gotas del líquido deben ascender como máximo a 0,2 mm.

50 La propia niebla de pulverización se pulveriza en contraflujo (flecha 24) en el sentido de caída de las gotas 22, en donde en la zona de cabecera de la columna de caída 12, inmediatamente por debajo de la placa de boquillas 10, a través de un dispositivo de aspiración de gas 26 dispuesto en forma anular, se extrae el vapor de agua que surge con las partículas 22 por el efecto cambiante, preferentemente con una velocidad $\leq 0,2$ m/seg., en particular alrededor de 0,1 m/seg. Mediante la velocidad reducida de la niebla de pulverización o bien, el vapor de agua que fluyen en contra de las gotas 22, se evitan turbulencias de manera que se evite una fluidización de las gotas 22, y por consiguiente, una aglutinación de dichas gotas o una adherencia a la pared interior 28 de la columna de caída 12.

Para la producción de niebla de pulverización, se provee un circuito 30 que comprende un soplador 32, así como un condensador de vapor 34. Desde dicho circuito se evacúan gases que no se pueden condensar, a través de una conexión 36.

5 El condensador de vapor 36 cumple la función de licuar el vapor conducido en el circuito 30. A continuación, el líquido se conduce mediante una bomba 38 al sistema anular 20. Dado que la temperatura se encuentra en un nivel elevado, el calor del condensador de vapor 34 se puede utilizar para el calentamiento de otros sectores de la instalación. Para evitar que se produzca un enriquecimiento indeseado con oligómeros, se reemplaza continuamente una fracción de agua, es decir, que una porción se evacua a través de un conducto 40, y dicha porción se reemplaza mediante una nueva porción de agua, a través de un conducto 42. Dicha agua caliente de reemplazo, enriquecida con oligómeros y glicol, puede ser útil para la recuperación de calor o se puede suministrar a un horno portador de calor. También se puede realizar una separación por ósmosis de agua, oligómeros y glicol. Sin embargo, en este aspecto, se remite a técnicas lo suficientemente conocidas.

15 Una sección inferior 44 de la columna de caída 12, preferentemente una sección transversal mayor, desemboca en una etapa de cristalización 45 que comprende un embudo 46, que se puede observar en una representación básica aumentada en la fig. 5.

El embudo 46 de la etapa de cristalización o bien, de la etapa de precristalización 45, comprende un cuerpo base 47 en forma de embudo, que puede estar compuesto de metal, como por ejemplo, acero inoxidable.

20 A lo largo de la pared interior 48 del cuerpo base 47 en forma de embudo, se extiende un elemento de conformación textil 50, compuesto particularmente de politetrafluoretileno, con perforaciones que presentan una abertura de malla d de $d \leq 0,2$ mm, en particular $d \leq 0,1$ mm. El espacio intermedio 52 existente entre el cuerpo base 47 y el elemento de conformación textil 50, se expone al contacto con un gas, en particular aire, a través de conexiones 54, 56, con el fin de expandir en forma de impulsos, el elemento de conformación textil 50 que a continuación se indica simplemente como tela, de manera tal que dicha tela se mueva en el interior del cuerpo base 47 (línea punteada) o se extienda casi equidistante en relación con la superficie interior 48 del cuerpo base 47. La primera posición "expandida" de la tela 50, se indica con el símbolo de referencia 58, y la posición inicial, con el símbolo de referencia 60.

30 Mediante la oscilación de la tela 50, se lanzan nuevamente las gotas que impactan, y como consecuencia se evita, por una parte, una adherencia, y por otra parte, debido a los impulsos transmitidos, se evita una aglutinación ante el encuentro con otra gota. Al mismo tiempo, sólo puede producirse una deformación despreciable. Mediante dicha fluidización en la etapa de cristalización 45, se produce una cristalización incipiente de las gotas en una periferia, de manera tal que se pueda realizar un suministro a una etapa de cristalización 62, sin que las gotas se peguen entre sí.

35 El gas conducido a la etapa de cristalización 45, preferentemente en forma de aire, se conduce en un circuito 64, en el cual se dispone una válvula giratoria 66, mediante la cual se abre o se cierra el circuito, para de esta manera, conducir el gas en forma de impulsos, hacia el espacio intermedio 52 entre el cuerpo base 47 y la tela 50. Además, el elemento de cierre 66 se debe regular de manera que se produzca una frecuencia de pulso de entre 1 y 20 Hz. La presión máxima del gas debe ascender a 200 mbar, preferentemente a 150 mbar como máximo sobre la presión atmosférica. El propio gas debe atravesar la tela 50 con una velocidad máxima de 1 - 4 m/seg., preferentemente con una velocidad de entre 1 y 3 m/seg. Además, cuando el gas atraviesa la tela 50, debe presentar una temperatura de entre 80 ° y 170 °C.

45 Para regular el gas en la temperatura deseada para el comienzo de la cristalización, en el circuito 64 se encuentra un intercambiador de calor 68, al cual se preconecta un soplador 70, mediante el cual se transportan cantidades de gas entre 1.000 m³/h y 5.000 m³/h. Sin embargo, dichas cantidades de gas dependen del rendimiento del caudal de producto del respectivo sistema. Cuando atraviesan la etapa de cristalización 45 y la sección inferior 44 de la columna de caída 12, se produce un calentamiento del gas. Un enfriamiento hasta alcanzar la temperatura deseada, se produce también mediante el hecho de que a través de un conducto 72 se evacua una fracción del gas, y se conduce a una etapa de limpieza 74, que comprende un circuito de glicol 76. De esta manera, se extraen los oligómeros presentes en el gas. Al mismo tiempo, se produce un enfriamiento del gas, y como consecuencia, mediante el gas conducido nuevamente a través del conducto 78 hacia el circuito 64, se puede regular la temperatura deseada del flujo de gas que atraviesa la tela 50. Además, desde el circuito 64 se aparta un conducto 80, que se encuentre conectado con un dispositivo distribuidor de gas 82, que se encuentre dispuesto en el borde inferior de la sección inferior 44 de la columna de caída 12. La distancia hasta el borde superior de la sección 44 se indica con A. Por encima de la distancia A, se encuentra la boquilla de forma anular 20 para la niebla de pulverización.

55 A partir de la representación básica, de acuerdo con la fig. 1 y en comparación con las fig. 3 y 4, resulta particularmente evidente que el circuito de aire 64 que incluye la etapa de cristalización 45, se extiende por debajo del circuito de niebla de pulverización 30.

En la fig. 1 se representa la columna de caída 12, en la que se suministra una niebla de pulverización en el sentido contrario al sentido de caída de las gotas 22, cuyas gotas son mucho más reducidas que 0,1 mm de diámetro. Dicha niebla de pulverización se pulveriza entre las partículas vertidas en forma de gotas por la boquilla 10, en donde en contacto con las gotas 22, se produce una evaporación de las gotas de niebla de pulverización. Al mismo tiempo, se produce un enfriamiento de las gotas de polímero 22.

Además, la niebla pulverizada se regula en relación con la temperatura y el flujo másico, de manera tal que ante una temperatura ambiente de alrededor de 170 °C, las gotas desciendan en dirección a la etapa de cristalización 45, por lo que se regula una temperatura de cristalización óptima. Dicha temperatura se mide por debajo de la boquilla de forma anular, por ejemplo, a una distancia de 100cm a 1000cm, para poder realizar una regulación.

Además, se debe considerar lo siguiente. Anteriormente se ha explicado el principio conforme a la presente invención, en base a una tela que se hace vibrar para la conformación de la etapa de precristalización 45. Sin embargo, por lo tanto, no se surge limitación alguna de la presente invención. De esta manera, la etapa de precristalización también puede comprender una cámara de lecho fluidizado o un elemento con rigidez estructural propia, conformado en forma de embudo, en particular como un elemento de chapa que presenta orificios de paso para lograr, en el interior del embudo conformado de esta manera o bien, inmediatamente sobre dicho embudo, una fluidización de las gotas 22 en una periferia, que evite una adherencia de dichas gotas entre sí o en las paredes. Además, los orificios en la cámara de lecho fluidizado o bien, en el elemento con rigidez estructural propia, se conforman de manera que se forme un componente tangencial del flujo de gas, es decir, que circule gas a lo largo de la superficie interior, por ejemplo, de la sección en forma de embudo, en donde simultáneamente se produce una turbulencia suficiente, con el fin de conducir forzosamente las gotas en dirección al centro del embudo o bien, en dirección a los orificios de salida. En el caso del elemento con rigidez estructural propia en forma de embudo, se trata en particular de un elemento que se conoce como chapa conidur® o bien, que presente un diseño correspondiente que cumpla la misma función.

La etapa de cristalización 45 se dispone después de la etapa de cristalización 62, cuyo orificio de entrada corresponde al orificio de salida del embudo 46, o de su cuerpo base 47. La etapa de cristalización 62 se dispone en otro circuito 84, a través del cual se conduce nuevamente hacia la zona del embudo 46, una fracción de las esferas cristalizadas extraídas de la etapa de cristalización 62. De esta manera, se presenta la ventaja de que las esferas extraídas de la etapa de cristalización 62, y a conducir a la etapa de postcondensación 18, se cristalizan en una periferia, de manera que se evita que se peguen entre sí, en particular en el embudo 46. En particular, alrededor del 10 - 50% de las esferas extraídas del dispositivo de cristalización 62, a través de un conducto 86, se conducen nuevamente a través del circuito 84 hacia el embudo 46.

El conducto 86 conduce hacia una esclusa 88, que se puede cerrar del lado de entrada y del lado de salida mediante un elemento de cierre 90, 92 que se conforma preferentemente como un diafragma de iris o una esclusa de rueda celular. De esta manera, se garantiza que no se produzca una destrucción de las esferas. En el caso que la esclusa 88 se encuentre cargada de esferas cristalizadas en la periferia requerida, por consiguiente, los dispositivos de cierre 90, 92 se cierran, y en la esclusa 88 se produce una presión que corresponde a la de la etapa de condensación 18 a continuación. En dicha esclusa predomina generalmente una presión de 0,5 mbar (párr.). Después de alcanzar la presión negativa requerida, el dispositivo de cierre 92 se abre de manera que las esferas se puedan entregar a la etapa de postcondensación en forma de una hélice 94 que gira lentamente, sin que exista el riesgo de una entrada de oxígeno. En la etapa de policondensación posterior 18 se produce la postcondensación deseada bajo vacío y con la exclusión de oxígeno, en donde cuando se ha agregado un extendedor de cadena al prepolímero fundido (conducto 16) se produce una reducción de 8 - 12 horas, en comparación con las 15-25 horas sin extendedor de cadena. La etapa de policondensación posterior 18 comprende, como se ha mencionado, la hélice 94 que gira muy lentamente, y se encuentra rodeada en su periferia por una camisa de calefacción 96. Después de finalizar la policondensación, las esferas se conducen a otra esclusa 98, cuya conformación corresponde a la de la esclusa 88, y por consiguiente, también puede presentar un elemento de cierre 100, 102 dispuesto antes o después, en forma de un diafragma de iris.

Los productos de reacción contenidos en los gases que se evacúan desde la esclusa 88 a través de un conducto 104, y los gases que se evacúan del conducto 106 conectado directamente con la etapa de policondensación posterior 18, como glicol etilénico, butandiol, agua, oligómeros, acetaldehído, o tetrahidrofurano, se separan, de manera habitual, en un circuito de glicol 108, o en una unidad de vacío 110, y después se preparan para la reutilización. Sin embargo, en este aspecto, también se remite a técnicas lo suficientemente conocidas.

El principio conforme a la presente invención, en relación con el método y los sistemas para la producción particularmente de esferas de PET o bien, de PTB, permite que

- cuando se deba realizar una precristalización o bien una cristalización incipiente de gotas en el interior de una columna de caída, en lugar de aire o gas, se emplee una niebla de pulverización que se conduce en contraflujo con una velocidad de flujo a través de la columna de caída, de manera que se evita una fluidización,

- después de una sección de caída relativamente corta, se produzca una solidificación de las partículas esféricas y una regulación precisa de la temperatura del producto,

5 - se realice una precrystalización en una sección del sistema dispuesta a continuación de la sección de caída conformada como un embudo, en tanto que las gotas se fluidizan de manera que no se produzca una adherencia a una pared, ni que las mismas gotas se aglutinen,

- inmediatamente antes del vertido en forma de gotas del prepolímero o bien, del polímero fundido, se agregue un extendedor de cadena que, debido a su fundamento, surte efecto justo en una etapa de policondensación posterior.

Lista de símbolos de referencia

	10 Placa de boquillas
10	12 Columna de caída
	14 - Conducto
	16 Conducto
	18 Postcondensación
	20 Sistema de boquillas
15	22 Gotas de polímero
	24 Flecha
	26 Dispositivo de aspiración de gas
	28 Pared interior
	30 Circuito
20	32 Soplador
	34 Condensador
	36 Conexión
	38 Bomba
	40 Conducto
25	42 Conducto
	44 Sección inferior
	45 Etapa de cristalización
	46 Embudo
	47 Cuerpo base
30	48 Pared interior
	50 Elemento de conformación textil
	52 Espacio intermedio
	53 Conexión

	56	Conexión
	68	Posición expandida
	60	Posición inicial
	61	Etapa de cristalización
5	64	Circuito
	66	Válvula extensible
	68	Intercambiador de calor
	70	Soplador
	72	Conducto
10	74	Etapa de limpieza
	76	Circuito de glicol
	78	Conducto
	80	Conducto
	82	Dispositivo distribuidor de gas
15	84	Circuito
	86	Conducto
	88	Esclusa
	90	Elemento de cierre
	92	Elemento de cierre
20	94	Hélice
	96	Camisa de calefacción
	98	Esclusa
	100	Elemento de cierre
	102	Elemento de cierre
25	104	Conducto
	106	Conducto
	108	Circuito de glicol
	110	Unidad de vacío
	A	Distancia

REIVINDICACIONES

- 5 1. Método para la producción de partículas esféricas a partir de una masa fundida de material plástico, en particular un prepolímero o bien, una masa fundida de un polímero de un policondensado, por ejemplo, PET (tereftalato de polietileno), PBT (tereftalato de polibutileno), PEN (naftalato de polietileno), PA (poliamida) o PC (policarbonato), en donde la masa fundida se vierte en forma de gotas, mediante una boquilla de goteo con una pluralidad de orificios de salida para la masa fundida, y las gotas se solidifican como partículas después de caer a través de, al menos, una porción de una sección de caída, **caracterizado porque** las partículas llegan al extremo de la sección de caída, a una zona receptora, en la que, al menos, una fracción de las partículas se fluidiza de manera tal que se producen turbulencias para mover las partículas en dirección al centro de la zona, y las partículas en la sección de caída se exponen al contacto con un líquido.
- 10 2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** en la zona receptora se fluidizan las partículas mediante la vibración de, al menos, una porción de la zona receptora.
3. Método de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado porque** en la zona receptora se fluidizan las partículas mediante la inyección de un gas a través de una pluralidad de orificios de inyección de gas.
- 15 4. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** las partículas en la zona receptora se fluidizan mediante un elemento de conformación textil que es atravesado por gas y sometido a vibraciones, y/o se conducen a una zona con un elemento con rigidez estructural propia en el extremo de la sección de caída, que es sometida al contacto con gas, de manera que se produzcan turbulencias para el movimiento de las gotas en dirección al centro de la zona.
- 20 5. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** las partículas fluidizadas conforman un lecho fluidizado.
6. Método de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** las partículas se conducen al lecho fluidizado a través de una zona de entrada del lecho fluidizado desde la sección de caída, y desde allí se desplazan a una zona de salida del lecho fluidizado, en la que se encuentra el orificio de salida de la zona.
- 25 7. Método de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado porque** las partículas en el extremo de la sección de caída se dirigen hacia la zona de entrada del lecho fluidizado.
8. Método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** las partículas llegan al extremo de la sección de caída, a una zona receptora, en la que, al menos, una fracción de las partículas se fluidiza de manera tal que se producen turbulencias para mover las partículas en dirección al centro de la zona.
- 30 9. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** la temperatura de evaporación del líquido se encuentra por debajo de la temperatura de fusión de las partículas.
10. Método de acuerdo con, al menos, una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el líquido presenta agua y/o glicol etilénico.
- 35 11. Método de acuerdo con, al menos, una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el líquido se pulveriza en forma de finas gotículas, de manera que las gotas vertidas en forma de gotas mediante la boquilla de goteo, en la sección de caída entren en contacto con una niebla de pulverización, en donde la niebla de pulverización se regula de manera que su tamaño de gotas corresponda aproximadamente 1/3 a 1/20 del tamaño de gotas de la masa fundida vertida en forma de gotas.
12. Método de acuerdo con la reivindicación 11, **caracterizado porque** el líquido se introduce en un gas portador.
- 40 13. Método de acuerdo con la reivindicación 12, **caracterizado porque** el gas portador presenta, al menos, uno de los siguientes gases: aire, nitrógeno, dióxido de carbono, argón, vapor de agua o vapor de glicol etilénico.
14. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** las gotas, después de caer a través de, al menos, una porción de la sección de caída, se someten, al menos, a una cristalización incipiente.
- 45 15. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** las gotas sólo se enfrían en tanto que su temperatura permanezca por encima de la temperatura de transición vítrea Tg del material plástico.

16. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** se recupera la energía térmica de los gases del proceso que se encuentran en la sección de caída, como aire, nitrógeno, dióxido de carbono, argón, vapor de agua o vapor de glicol etilénico.
- 5 17. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** las partículas esféricas o casi esféricas se conducen a una etapa de cristalización, después de abandonar la zona receptora.
18. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** las partículas esféricas se conducen a una etapa de postcondensación para la policondensación de estado sólido, después de atravesar una o una pluralidad de etapas de cristalización.
- 10 19. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** las gotas de la boquilla de goteo, se suministran a una zona exterior circular de la boquilla de goteo.
20. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque**, al menos, una fracción de las gotas esparcidas desde la boquilla de goteo, presentan un componente de movimiento en sentido horizontal.
21. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** la zona receptora se expone al contacto en forma de impulsos con un gas como el aire.
- 15 22. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** la zona receptora se conforma en forma de embudo, y del lado de las gotas presenta orificios que son atravesados por el gas y que se extienden de manera tal que las gotas se desplacen o bien, se fluidicen tangencialmente a lo largo de la superficie interior de la zona con forma de embudo.
- 20 23. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** la evolución de la presión del gas es sinusoidal, cuando entra en contacto con la zona receptora.
24. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el gas entra en contacto, en forma de impulsos, con la zona receptora, con una frecuencia f de preferentemente $1 \text{ Hz} \leq f \leq 30 \text{ Hz}$, en particular $1 \text{ Hz} \leq f \leq 10 \text{ Hz}$.
- 25 25. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el gas atraviesa la zona receptora con una velocidad máxima v de $v \leq 4 \text{ m/seg.}$, en particular $v \leq 3 \text{ m/seg.}$, preferentemente $v \leq 1 \text{ m/seg.}$
26. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el gas somete a la zona receptora a una presión p de $0 \text{ mbar} \leq p \leq 200 \text{ mbar}$, en particular $0 \text{ mbar} \leq p \leq 150 \text{ mbar}$, por encima de la presión atmosférica.
- 30 27. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** en la zona receptora se utilizan orificios con una abertura de malla $d < 80\%$, en particular $d < 30\%$ del diámetro medio de las partículas.
28. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** del dispositivo de cristalización se extrae una fracción de las partículas cristalizadas en forma de esferas o, al menos, con una cristalización incipiente, y por encima de la zona receptora, se suministran nuevamente a las gotas que caen atravesando la sección de caída.
- 35 29. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** alrededor del 10 al 50% de las partículas esféricas extraídas del dispositivo de cristalización se conducen nuevamente a la zona receptora.
30. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** inmediatamente antes del vertido en forma de gotas, a la masa fundida se le agrega un extendedor de cadena, que acelera la postcondensación.
- 40 31. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** la fracción del extendedor de cadena en la masa fundida a verter en forma de gotas, asciende a $< 0.5 \%$ en peso.
32. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el extendedor de cadena se adiciona a la masa fundida en una cantidad tal que surte efecto después de un tiempo t_1 de $t_1 \leq 10 \text{ min.}$, en particular $1 \text{ min.} \leq t_1 \leq 10 \text{ min.}$
- 45 33. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** como extendedor de cadena se utiliza uno a base de polialcohol, dianhídrido de un ácido tetracarboxílico, pentaeritrita u oxazolinás.

34. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** en, al menos, una porción de la sección de caída, las gotas se someten a un contraflujo, que es preferentemente laminar.
35. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** en, al menos, una porción de la sección de caída, las gotas se someten a un flujo paralelo, que es preferentemente laminar.
- 5 36. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el contraflujo se retira con una velocidad menor a 0,2 m/seg., preferentemente menor a 0,1 m/seg.
37. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el flujo paralelo se retira con una velocidad menor a 1 m/seg., preferentemente menor a 0,5 m/seg.
- 10 38. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el gas que atraviesa la zona receptora circula a través de un primer circuito, en donde se suministra una fracción del gas a una unidad de limpieza, en la que el gas se limpia y se enfría, con el fin de suministrarlo, a continuación, nuevamente al circuito.
39. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el gas en la unidad de limpieza se conduce en el contraflujo o bien, en el flujo paralelo, en relación con un circuito de glicol.

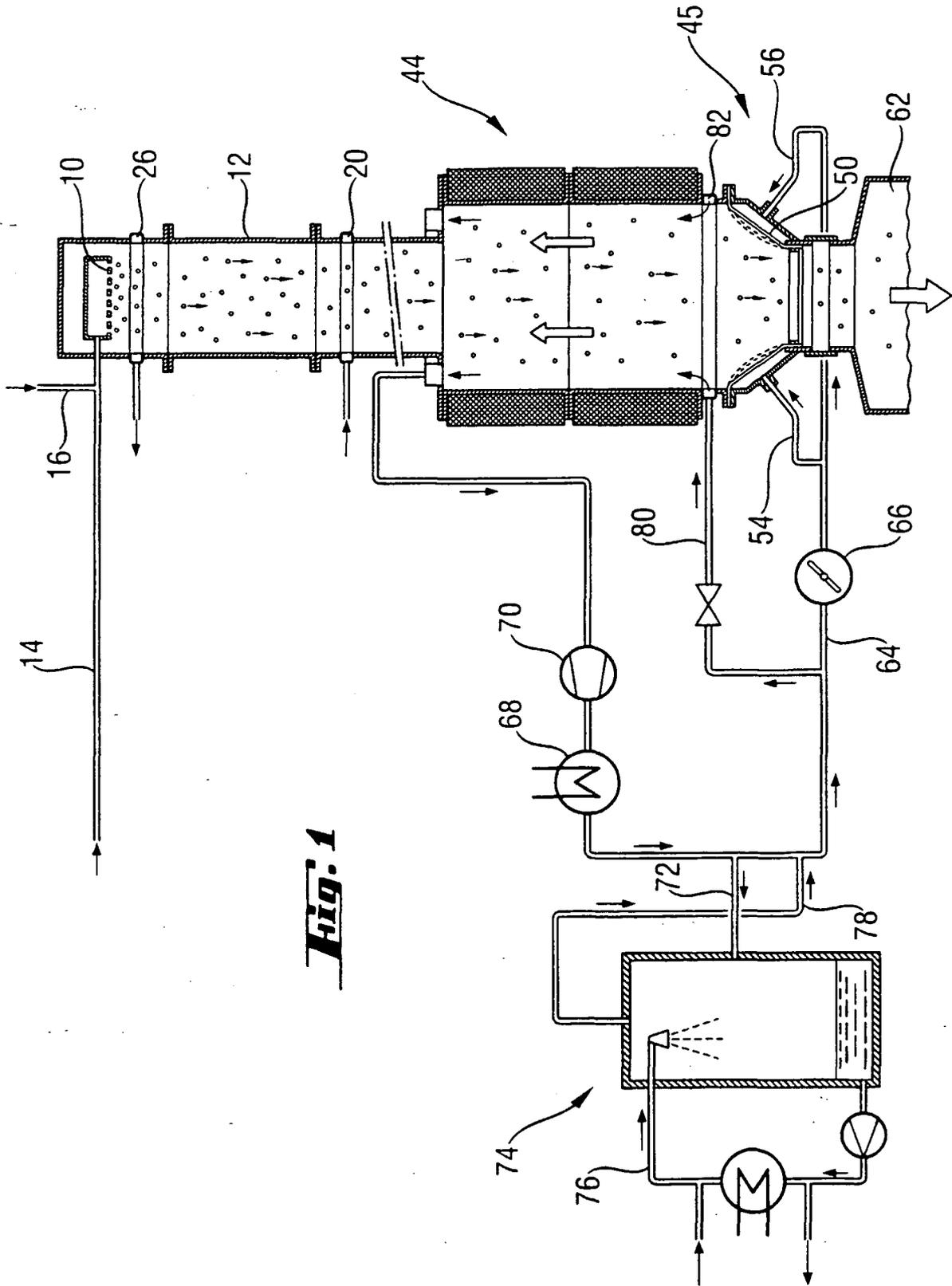


Fig. 1

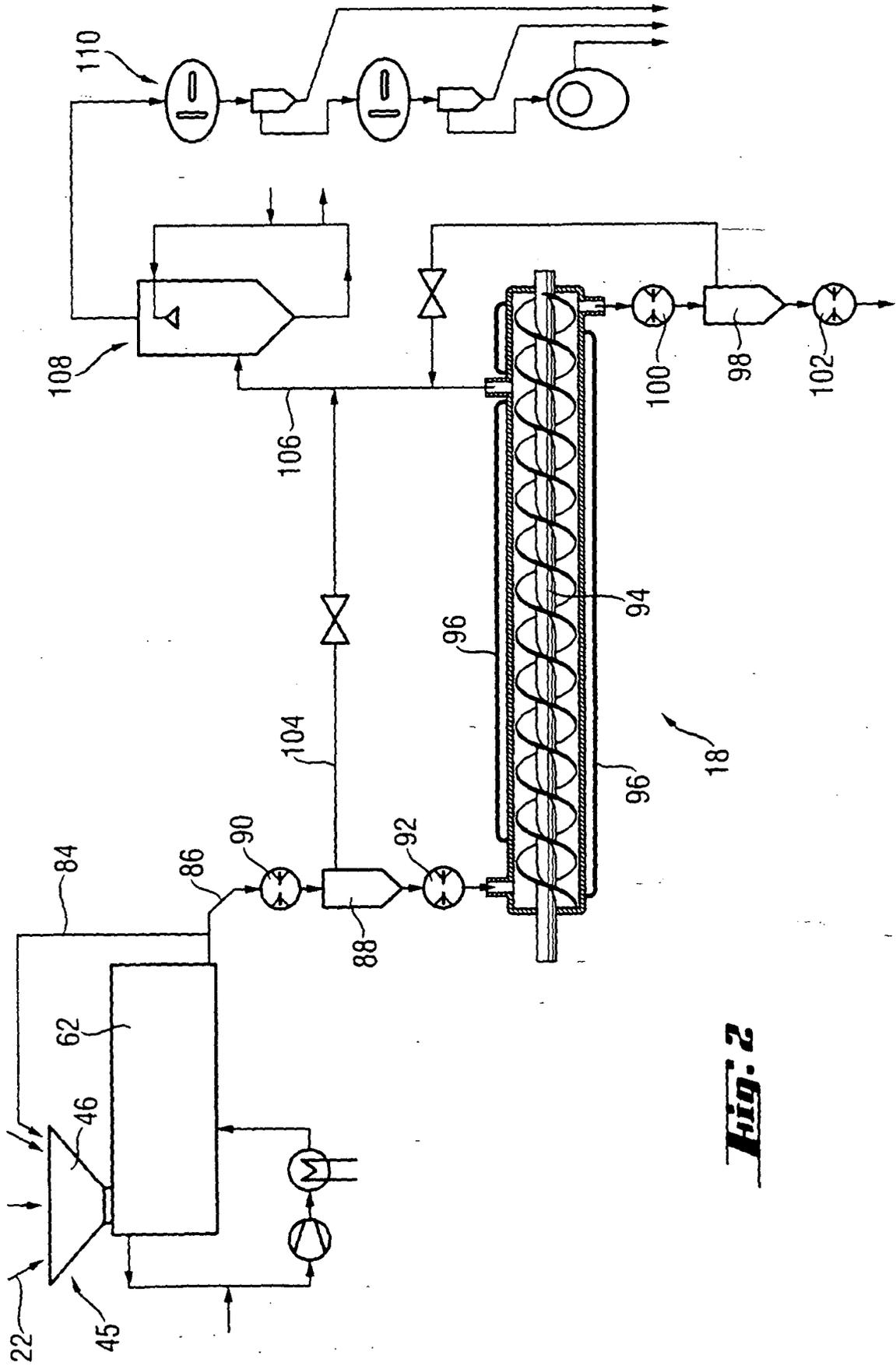


Fig. 2

