

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 536 635**

51 Int. Cl.:

**B01F 3/14** (2006.01)

**B01F 7/08** (2006.01)

**B01F 15/02** (2006.01)

**B29B 7/80** (2006.01)

**C08G 85/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.08.2011 E 11751555 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.02.2015 EP 2621619**

54 Título: **Procedimiento de mezclado**

30 Prioridad:

**30.09.2010 US 388155 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**27.05.2015**

73 Titular/es:

**EQUIPOLYMERS GMBH (100.0%)**

**Berthastrasse 13**

**06258 Schkopau, DE**

72 Inventor/es:

**ECKERT, ROLF;**

**KLEIS, GUENTER;**

**PFANNMÖLLER, UWE;**

**VOERCKEL, VOLKMAR y**

**WIEGNER, JENS-PETER**

74 Agente/Representante:

**ARIAS SANZ, Juan**

**ES 2 536 635 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

Procedimiento de mezclado

**Antecedentes de la invención****Campo de la invención**

- 5 En general, la invención se refiere a un procedimiento para mezclar de forma sustancialmente homogénea ingredientes que comprenden particulados sólidos y un material viscoso en un recipiente.

El poli(tereftalato de etileno) (PET o tereftalato de polietileno) tiene muchos usos tales como, por ejemplo, para fabricar fibras sintéticas y recipientes de calidad alimentaria (por ejemplo, frascos de bebidas). La patente de los Estados Unidos n.º US 7.297.721 B2; la solicitud de patente internacional PCT n.º WO 98/41375 A; y la solicitud de patente japonesa n.º JP H10-101784 A mencionan todas el uso de mezclas homogéneas de poli(tereftalato de etileno) (RPET) reciclado y monómeros de poli(tereftalato de etileno) (PET) que comprenden ácido tereftálico (TPA) y monoetilenglicol (MEG) en procesos para fabricar PET. Sus procesos requieren todos fundir el RPET para preparar las mezclas homogéneas y exponer íntimamente el RPET al efecto de transesterificación total de MEG, con lo que, entre otras cosas, el MEG despolimeriza el RPET fundido por transesterificación. Por ejemplo, en el documento US 7.297.721 B2, el proceso añade una pasta de TPA, ácido isoftálico (IPA), y MEG a un reactor de reactor de esterificación, detiene la adición, añade escamas de RPET, y a continuación vuelve a añadir pasta adicional. El RPET se funde en el reactor de esterificación antes de mezclarse totalmente con la pasta. En el documento WO 98/41375 A, el proceso añade RPET como una masa fundida o un sólido a un reactor de esterificación que contiene un fundido de precursores de PET. El RPET sólido añadido se funde en el reactor de esterificación antes de mezclarse totalmente con los precursores de PET. En el documento JP HI 0-101784 A, el proceso funde el RPET en una extrusora, y a continuación el añade el RPET fundido a un reactor de esterificación. El proceso del documento JP H10-101784 A añade por separado una suspensión espesa de TPA y MEG al reactor de esterificación. En todos los procesos mencionados anteriormente, los procesos requieren fundir el RPET para formar las mezclas homogéneas que comprenden RPET, TPA y MEG para exponer íntimamente el RPET al efecto de transesterificación total de MEG. Otros procedimientos de mezclado de la técnica anterior son conocidos de los documentos US2005/187306 y DE 10 2006 015541.

Como es conocido en general y como es conocido de los documentos de patente referenciados anteriormente, el RPET se descompone gradualmente cuando está próximo o por encima de su temperatura de fusión (por ejemplo, las escamas de RPET se funden a aproximadamente 245 grados Celsius). Si no se controla, el RPET fundido se descompondrá hasta un punto tal que se vuelva inadecuado para preparar un PET de calidad alimentaria.

- 30 Existe una necesidad en la técnica de obtener un procedimiento mejorado de fabricación de PET usando RPET.

**Breve resumen de la invención**

Los inventores han reconocido que el requisito de la técnica anterior de fundir en primer lugar los sólidos RPET antes de que RPET pueda formar mezclas homogéneas con los monómeros PET es una deficiencia de los procesos de la técnica anterior en vista de la propensión a la descomposición térmica de RPET. En consecuencia, los inventores trataron de reducir el periodo de tiempo que tarda RPET en una fase fundida pero no además en la mezcla homogénea con MEG durante la fabricación de PET. En la fase de esterificación de la fabricación de PET en particular, los inventores trataron de reducir el tiempo que RPET estaría expuesto a condiciones de descomposición sin estar íntimamente expuesto a todo el efecto de transesterificación de MEG. Desearon una solución flexible con el fin de lograr esta ventaja sin alterar sus condiciones de reacción de esterificación, puesto que estas se habían optimizado para la producción de PET de calidad alimentaria. Por ejemplo, los inventores desearon mantener la misma temperatura de reacción y evitar el uso de cualquier disolvente en su reactor de esterificación.

Los inventores describen en el presente documento una solución al problema del mezclado de ingredientes que comprende escamas de RPET y una pasta que comprende TPA y MEG en un reactor de esterificación en un periodo de tiempo reducido en comparación con el periodo de tiempo para fundir uno o ambos de los ingredientes y mezclarlos juntos. La solución de los inventores comprende alimentar una fase modificada de escamas de RPET en el reactor de esterificación. La fase modificada de las escamas de RPET comprende una predisposición sustancialmente homogénea que comprende las escamas de RPET y una porción principal de la pasta. La solución también comprende alimentar por separado la porción restante (es decir, la porción menor) de la pasta en el reactor de esterificación. Las alimentaciones de predisposición y porción restante entran en el reactor de esterificación por medio de una misma entrada o de entradas diferentes del mismo. La pasta comprende una cantidad en exceso de MEG (o, por ejemplo, MEG y dietilenglicol (DEG)) que puede transesterificar rápidamente de forma sustancial todo el RPET, preferentemente para producir oligómeros de tereftalato de etileno y reducir de manera proporcional o evitar la descomposición térmica del RPET. La cantidad restante de MEG (o MEG y DEG) en la porción menor de la pasta se puede alimentar directamente en el reactor de esterificación sin privar al RPET de un efecto de transesterificación total de MEG (o MEG y DEG). La predisposición sustancialmente homogénea de las escamas de RPET proporciona el RPET con una exposición al efecto de transesterificación sustancialmente total de MEG incluso antes de que RPET se funda y no requiere la alteración de sus condiciones de reacción de esterificación. Preferentemente, la pasta y la fase modificada de las escamas de RPET comprenden además ácido isoftálico (IPA), un catalizador de policondensación y

dietilenglicol (DEG). El catalizador de policondensación quiere decir una sustancia eficaz para catalizar una reacción de esterificación, una reacción de transesterificación o preferentemente reacciones de esterificación y transesterificación. En algunos modos de realización, la solución también produce ventajosamente una mezcla homogénea de RPET y oligómeros de tereftalato de etileno (descrita posteriormente) en el reactor de esterificación en un tiempo significativamente menor, con una descomposición significativamente menor del RPET, o ambos en comparación con el periodo de tiempo para fundir las escamas de RPET y mezclarlas totalmente y los monómeros de PET juntos en el reactor de esterificación. De forma ventajosa, la solución de los inventores se puede usar en procesos de alimentación continua y de alimentación por lotes. Además, los inventores descubrieron que su solución se puede aplicar al mezclado de cualquier particulado termoplástico sólido, no sólo a las escamas de RPET, con cualquier material viscoso que contenga la cantidad en exceso suficiente de un reactivo para el particulado termoplástico sólido, no sólo la pasta que comprende MEG. La invención es especialmente valiosa para, y en algunos modos de realización comprende, mezclar el/los reactivo(s) con particulados termoplásticos sólidos que contienen un material termoplástico que es propenso a la descomposición térmica (según las circunstancias), en el que la mezcla se realiza de tal modo que el reactivo pueda reaccionar con el material termoplástico y reducir la descomposición térmica del mismo. Preferentemente, los particulados termoplásticos sólidos son particulados de resinas de poliéster aromáticas, y más preferentemente resinas de PET.

En la búsqueda de la solución mencionada anteriormente, los inventores descubrieron un problema cuando intentaban alimentar continuamente una pasta homogénea que comprendía escamas de RPET, TPA y MEG, y preferentemente que comprendía además el IPA, catalizador de policondensación y DEG, desde una mezcladora de husillos de doble eje Segler que contiene una única porción de descarga con forma de cono que contiene dos salidas. La pasta obstruye las salidas de la mezcladora de husillos de doble eje Segler. Además, cuando se está alimentando la pasta en un reactor de esterificación que contiene vapor de MEG caliente (por ejemplo, > 200 °C a una sobrepresión de desde 0,5 bar (50 kilopascales (kPa)) a 1 bar (100 kPa) por encima de la presión ambiente) en este espacio libre superior, los inventores descubrieron que el vapor de MEG caliente iniciaba rápidamente la descomposición de la pasta y provocaba el entrecruzamiento con escamas de RPET no fundidas, dando como resultado que las escamas de RPET aglomeradas obstruían las líneas de alimentación de la pasta. En general, la solución de los inventores comprende reemplazar la única porción de descarga con forma de cono de la mezcladora de husillos de doble eje Segler con una pluralidad de conos de descarga dimensionados más pequeños como se describe posteriormente para permitir un funcionamiento libre de obstrucción del aparato modificado resultante según las circunstancias. Además, los inventores descubrieron que la modificación se puede aplicar a cualquier recipiente que necesite una porción de descarga, en especial uno que necesite una porción de descarga libre de obstrucción.

La presente invención proporciona un procedimiento de mezclado de ingredientes que comprende particulados termoplásticos sólidos y un material viscoso en un primer recipiente sin fundir en primer lugar los particulados termoplásticos sólidos, comprendiendo el procedimiento alimentar una predispersión que comprende una mezcla sustancialmente homogénea de los particulados termoplásticos sólidos y una porción principal del material viscoso y alimentar la porción menor restante del material viscoso en el primer recipiente para dar ingredientes añadidos en el primer recipiente; y mezclar los ingredientes añadidos en el primer recipiente, en el que los particulados termoplásticos sólidos comprenden un material termoplástico y la porción principal del material viscoso comprende una cantidad en exceso suficiente de un reactivo para el material termoplástico. Todavía más preferentemente, los particulados termoplásticos sólidos son particulados de RPET. Preferentemente, los particulados de RPET son pellas de RPET o, más preferentemente, escamas de RPET.

El procedimiento de la presente invención puede emplear un dispositivo para descargar un material desde un segundo recipiente sin que el material obstruya el dispositivo, comprendiendo el dispositivo una pluralidad de conos de descarga; en el que cada cono de descarga tiene aberturas separadas entre sí corriente arriba y corriente abajo en comunicación fluida entre sí, siendo el diámetro de la abertura corriente arriba al menos 4 veces mayor que el diámetro de la abertura corriente abajo; en el que cada cono de descarga define independientemente un espacio volumétrico entre las aberturas corriente arriba y corriente abajo que está dimensionado y configurado para contener una cantidad no obstructora del material; y en el que cada cono de descarga está adaptado independientemente para recibir la cantidad no obstructora del material en el espacio volumétrico a través de la abertura corriente arriba y descargar la cantidad no obstructora del material fuera del espacio volumétrico a través de la abertura corriente abajo sin obstruir el dispositivo. Preferentemente, el dispositivo comprende además el segundo recipiente y está en conexión funcional con el segundo recipiente de tal modo que un material contenido en el segundo recipiente se pueda descargar desde el mismo por medio del dispositivo sin obstruir el dispositivo.

El procedimiento de la presente invención también puede emplear un aparato para mezclar un material, en el que el aparato comprende el dispositivo como en el segundo modo de realización y una porción de mezclado (por ejemplo, transportador/mezclador de doble husillo) que comprende un segundo recipiente; en el que el segundo recipiente tiene una salida corriente abajo que define una apertura y está conectada de forma sellable al dispositivo alrededor y próxima a las aberturas corriente arriba del dispositivo de tal forma que el dispositivo restringe la apertura de la salida corriente abajo del segundo recipiente a las aberturas de las aberturas corriente arriba del dispositivo; y el aparato funciona de tal forma que cuando el segundo recipiente del aparato contiene un material, el material se puede descargar desde el aparato por medio del dispositivo sin obstruir el dispositivo.

El procedimiento de la invención es útil para preparar la predispersión y añadirla en el primer recipiente (por ejemplo, un reactor de esterificación) y exponer de este modo el RPET al efecto de transesterificación sustancialmente total de MEG incluso antes de que se funda el RPET. El procedimiento de la invención se puede adaptar a los procesos de fabricación actuales y no requiere alterar sus condiciones de reacción de esterificación. El procedimiento de la invención reduce el periodo de tiempo que tarda RPET en una fase fundida a temperatura alta (por ejemplo, > 200°C) pero no además en la mezcla con MEG durante la fabricación de PET. En algunos modos de realización, el procedimiento de la invención reduce el tiempo que RPET estaría expuesto a las condiciones de descomposición sin estar expuesto además al efecto de transesterificación de MEG. En algunos modos de realización, el procedimiento de la invención también es útil para producir una mezcla homogénea de ingredientes que comprende los particulados termoplásticos sólidos (por ejemplo, escamas de RPET) y el material viscoso (por ejemplo, una pasta que comprende TPA, MEG, IPA, DEG, y un catalizador de policondensación) en el primer recipiente (por ejemplo, un reactor de esterificación) en un periodo de tiempo reducido en comparación con el periodo de tiempo para fundir los particulados termoplásticos sólidos y mezclarlos totalmente con el material viscoso en el primer recipiente (por ejemplo, reactor de esterificación). De forma ventajosa, el procedimiento de la invención se puede usar en procesos de alimentación continua y de alimentación por lotes. El procedimiento de la invención se puede emplear en, por ejemplo, un proceso para preparar PET de categoría de calidad (por ejemplo, PET de calidad alimentaria) que emplea monómeros de RPET y PET. El procedimiento de la invención es útil en otros procesos para hacer reaccionar los ingredientes de la predispersión y la mezcla viscosa juntos.

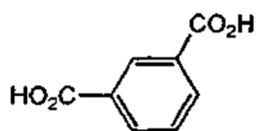
El dispositivo y aparato empleados en el procedimiento de la invención son útiles para descargar el material desde el dispositivo o aparato sin obstruir el mismo, incluso cuando el primer recipiente tiene vapor de MEG caliente en su espacio libre superior. Por tanto, el dispositivo y aparato la invención empleados en el procedimiento de la invención son útiles en cualquier operación de descarga y son especialmente útiles en la fabricación de operaciones de descarga, incluyendo operaciones de descarga de fabricación de PET de categoría de calidad.

Como se usa en el presente documento, el término "obstruir" quiere decir bloquear al menos un 33 por ciento del área de una salida o bloquear al menos un 33 por ciento del flujo máximo de la salida según las circunstancias. En algunos modos de realización, obstruir quiere decir bloquear al menos un 50 por ciento del área, en algunos modos de realización al menos un 70 por ciento del área, y en algunos modos de realización al menos un 95 por ciento del área de la salida. En algunos modos de realización, obstruir quiere decir bloquear al menos un 50 por ciento del flujo máximo de, en algunos modos de realización al menos un 70 por ciento del flujo máximo de, y en algunos modos de realización al menos un 95 por ciento del flujo máximo de la salida según las circunstancias.

El término "homogéneo" quiere decir mezclado uniformemente.

El término "ingrediente" quiere decir una sustancia añadida a, o que se va a añadir a, el primer o segundo recipiente.

El término "IPA" quiere decir ácido isoftálico, que tiene la siguiente fórmula estructural:



El término "porción principal" quiere decir más de un 50 por ciento. El término "porción menor" quiere decir menos de un 50 por ciento. Preferentemente, las porciones principal y menor juntas equivalen al 100 por ciento (esto es, no se pierde ninguna porción como desecho o filtración).

El término "MEG" quiere decir monoetilenglicol, que tiene la siguiente fórmula empírica: HOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH.

El término "fundir" quiere decir calentar hasta que esté licuado.

El término "mezclar" quiere decir una acción que comprende combinar.

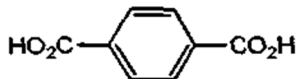
El término "PET" quiere decir poli(tereftalato de etileno).

El término "RPET" quiere decir poli(tereftalato de etileno) reciclado.

El término "particulados termoplásticos sólidos" quiere decir una sustancia finamente dividida que no es un líquido, gas, o plasma y tiene un punto de fusión de desde -20 °C a 500 °C, preferentemente de 20 °C a 300 °C. La sustancia finamente dividida puede ser amorfa o cristalina. En algunos modos de realización, la sustancia finamente dividida tiene una longitud máxima (o diámetro) de 20 milímetros (mm) y una longitud mínima (o diámetro) de 0,5 mm. La sustancia finamente dividida también puede contener cantidades inateriales (por ejemplo, menos de un 5 por ciento en peso) de un líquido residual (por ejemplo, MEG, DEG o agua) o gas (por ejemplo, moléculas de gas oxígeno adsorbidas en superficie).

El término "sustancialmente" quiere decir al menos un 90 %, preferentemente al menos un 95 %, y más preferentemente al menos un 98 %.

El término "TPA" quiere decir ácido tereftálico, que tiene la siguiente fórmula estructural:



- 5 El término "material viscoso" quiere decir una sustancia que tiene una viscosidad dinámica de desde 200 centipoise (cP) a 200,000 cP a 20 grados Celsius (°C), en la que la viscosidad dinámica se mide de acuerdo con el procedimiento descrito posteriormente.

Se describen modos de realización adicionales en los dibujos adjuntos y el resto de la memoria descriptiva, incluyendo las reivindicaciones.

#### 10 Breve descripción de los dibujos

Algunos modos de realización de la presente invención se describen en el presente documento en relación con los dibujos adjuntos, que al menos ayudarán en la ilustración de las diversas características de los modos de realización.

La figura (Fig.) 1a muestra una vista en perspectiva de un modo de realización del dispositivo del Ejemplo 1.

La Fig. 1b muestra una vista aumentada de un detalle en la Fig. 1a.

- 15 La Fig. 2 muestra una vista en despiece del modo de realización del dispositivo del Ejemplo 1.

La Fig. 3 muestra una vista parcial descendente de un modo de realización del aparato del Ejemplo 2.

#### Descripción detallada de la invención

- 20 La invención se refiere a un procedimiento para mezclar de forma sustancialmente homogénea ingredientes que comprenden particulados termoplásticos sólidos y un material viscoso en un primer recipiente, a un dispositivo sin obstrucción.

El término "opcionalmente" quiere decir "con o sin". Por ejemplo, "opcionalmente, un aditivo" quiere decir con o sin un aditivo.

En un acontecimiento en el que existe un conflicto entre un nombre de compuesto y su estructura, domina la estructura.

- 25 En un acontecimiento en el que existe un conflicto entre un valor unitario que se enumera sin paréntesis, por ejemplo, 2 pulgadas, y un correspondiente valor unitario que se enumera entre paréntesis, por ejemplo, (5 centímetros), domina el valor unitario enumerado sin paréntesis.

- 30 Como se usa en el presente documento, "un" "una" y "el/la" se usan siguiendo un término abierto tal como que comprende el significado de "al menos uno". En cualquier aspecto o modo de realización de la presente invención descrito en el presente documento, los términos abiertos "comprendiendo", "comprende" y similares (que son sinónimos de "incluyendo", "teniendo" y "caracterizado por") se pueden reemplazar por las respectivas expresiones parcialmente cerradas "consistiendo esencialmente en", "consiste esencialmente en" y similares o las respectivas expresiones cerradas "consistiendo en," "consiste en" y similares para dar otro aspecto o modo de realización de la presente invención. Las expresiones parcialmente cerradas tales como "consistiendo esencialmente en" y similares limitan el alcance de una reivindicación a materiales o etapas enumerados en el mismo y los que no afectan materialmente a la(s) característica(s) básica(s) y novedosa(s) de la invención reivindicada. El término "caracterizable" es abierto y quiere decir distinguible.

- 35 En la presente solicitud, cuando se hace referencia a una lista precedente de elementos (por ejemplo, ingredientes), las expresiones "mezcla de los mismos", "combinación de los mismos" y similares quieren decir cualquiera de dos o más, incluyendo todos, de los elementos enumerados. El término "o" usado en un listado de miembros, a menos que se establezca de otro modo, se refiere a los miembros enumerados individualmente así como en cualquier combinación, y apoya modos de realización adicionales que enumeran uno cualquiera de los miembros individuales (por ejemplo, en un modo de realización que enumera la expresión "10 por ciento o más," el "o" apoya otro modo de realización que enumera "10 por ciento" y todavía otro modo de realización que enumera "más de un 10 por ciento.").

- 45 El término "pluralidad" quiere decir dos o más, en el que cada pluralidad está seleccionada independientemente a menos que se indique de otro modo. El término "independientemente" quiere decir por separado sin tener en cuenta el otro. Los términos "primero", "segundo", etcétera sirven como un medio conveniente de distinguir entre dos o más elementos o limitaciones (por ejemplo, una primera silla y una segunda silla) y no implican cantidad ni orden a menos que así se indique específicamente. Los símbolos "≤" y "≥" quieren decir respectivamente menor que o igual a y mayor

que o igual a. Los símbolos "<" y ">" quieren decir respectivamente menor que y mayor que. El término "caracterizable" quiere decir que se puede distinguir, si se desea.

Cualquier encabezado en el presente documento se usa sólo por comodidad del lector y no limita, y no debe interpretarse como que limita, la presente invención.

- 5 Cuando la invención, o cualquier parte de la misma (por ejemplo, elemento o etapa), se define como alternativa por un grupo tipo Markush que tiene dos o más miembros, la invención contempla modos de realización preferentes demasiado numerosos como para enumerar cada uno en el presente documento. Por comodidad, dichos modos de realización preferentes se pueden determinar fácilmente: (i) seleccionando cualquier miembro individual del grupo Markush, limitando de este modo el alcance del grupo Markush al miembro individual seleccionado del mismo; o (ii)
- 10 eliminando cualquier miembro individual del grupo Markush, limitando de este modo el grupo Markush a uno cualquier de los miembros restantes del mismo. En algunos modos de realización, el miembro que se selecciona o se elimina se basa en uno de los ejemplos u otras especies de la presente invención descritos en el presente documento.

- Esta memoria descriptiva se puede referir a determinados estándares de prueba bien conocidos promulgados por determinadas organizaciones, que se denominan en el presente documento por sus acrónimos. El acrónimo "ANSI" representa el American National Standards Institute, el nombre de una organización con sede en Washington, D.C., EE. UU. El acrónimo "ASTM" representa ASTM International, el nombre de una organización con sede en West Conshohocken, Pensilvania, EE. UU.; ASTM International era previamente conocido como la American Society for Testing and Materials. El acrónimo "DIN" representa Deutsches Institut für Normung e. V., el nombre de una organización con sede en Berlín, Alemania. El acrónimo "ISO" representa la International Organization for Standardization, el nombre de una organización con sede en Geneva 20, Suiza.
- 15
- 20

- Parte del procedimiento de la invención comprende las etapas de alimentación mencionadas anteriormente. Las etapas de alimentación de la predispersión y porción restante del material viscoso pueden ser etapas de alimentación por lotes, etapas de alimentación continua o una combinación de las mismas. En algunos modos de realización, las etapas de alimentación respectivamente consisten esencialmente en alimentar un lote de la predispersión y un lote de la porción restante del material viscoso en el primer recipiente (por ejemplo, reactor de esterificación). En algunos modos de realización, las etapas de alimentación respectivamente comprenden alimentar de forma continua la predispersión y la porción restante del material viscoso en el primer recipiente; y el procedimiento comprende además retirar de forma intermitente o continua un producto de reacción del mismo del primer recipiente. La tasa de retirada (por ejemplo, peso por hora) del producto de reacción del primer recipiente se puede ajustar para permitir que los ingredientes añadidos residan en el primer recipiente durante una cantidad de tiempo promedio (por ejemplo, un promedio de aproximadamente 1 hora).
- 25
- 30

- La alimentación de la predispersión y la porción restante del material viscoso en el primer recipiente (por ejemplo, reactor de esterificación) se puede realizar por cualquier medio. Preferentemente, las alimentaciones se dosifican (por ejemplo, con un caudalímetro de tipo Coriolis de paso completo) para medir y controlar las cantidades y las cantidades relativas del mismo que se añaden en el primer recipiente. Preferentemente, el primer recipiente tiene entradas separadas y las alimentaciones de la predispersión y la porción menor del material viscoso se separan y se alimentan por medio de una entrada diferente de las entradas separadas en el primer recipiente. Cuando los particulados termoplásticos sólidos comprenden particulados de RPET (por ejemplo, escamas de RPET o pellas) y el material viscoso comprende TPA/MEG o TPA/IPA/MEG/DEG/catalizador de policondensación, preferentemente, la alimentación de la predispersión de RPET/TPA/MEG o la predispersión de RPET/TPA/IPA/MEG/DEG/catalizador de policondensación, según sea el caso, está a una temperatura de predispersión de desde 0 °C a 80 °C, y más preferentemente de 45 °C a 75 °C, y todavía más preferentemente de 50 °C a 65 °C. También preferentemente, el RPET comprende desde más de un 0 por ciento en peso (% en peso) hasta % en peso máximo que sea operable en el procedimiento de la invención, en el que el % en peso se basa en el peso total de RPET más el material viscoso. En algunos modos de realización, el % en peso máximo que es operable en el procedimiento de la invención es de un 25 % en peso del peso total de RPET más el material viscoso. En algunos modos de realización, el RPET comprende desde más de un 0 % en peso hasta un 9,9 % en peso del peso total de RPET más el material viscoso.
- 35
- 40
- 45

- Los ingredientes de las alimentaciones o los ingredientes de las mismas se pueden almacenar hasta el momento en el que se preparen las alimentaciones. Antes de entrar en el primer recipiente, también se puede almacenar cada alimentación. El almacenamiento de los ingredientes no es importante. Preferentemente, cada alimentación no se almacena pero se añade rápidamente en el primer recipiente. Los ingredientes y las alimentaciones se pueden almacenar en cualquier recipiente de almacenamiento adecuado. Los ejemplos de recipientes de almacenamiento adecuados son un silo para particulados, depósito de almacenamiento de líquidos y recipiente de preparación. Un ejemplo del recipiente de preparación es un depósito agitado. Por ejemplo, en la preparación de PET usando el procedimiento de la invención, las cantidades medidas de TPA y MEG y cualquier monómero de PET adicional (por ejemplo, EPA y DEG) e ingredientes de reacción adicionales (por ejemplo, catalizador, aditivo o una combinación de los mismos) se premezclan en el recipiente de preparación de tal forma para preparar el material viscoso. Los particulados termoplásticos sólidos se pueden almacenar en un silo hasta el momento de mezclar con la porción principal del material viscoso.
- 50
- 55

Preferentemente, la predispersión y porción restante de la pasta carecen de un disolvente distinto de MEG, de los que algunos pueden funcionar como disolvente. En algunos modos de realización, la predispersión comprende particulados de RPET, TPA, MEG, IPA, DEG, y catalizador de policondensación. En dichos modos de realización, la densidad de la predispersión preferentemente es menor de 1.400 kilogramos por metro cúbico ( $\text{kg/m}^3$ ). Cuando se emplean escamas de RPET, preferentemente la densidad aparente de las escamas de RPET es de aproximadamente 300  $\text{kg/m}^3$  a aproximadamente 450  $\text{kg/m}^3$ .

En algunos modos de realización, el material viscoso comprende una pasta, suspensión o líquido. En algunos modos de realización, el material viscoso comprende la suspensión o pasta. En algunos modos de realización, el material viscoso comprende la pasta. Preferentemente, el material viscoso comprende una mezcla sustancialmente homogénea. Cuando se emplean TPA y MEG o TPA, IPA, DEG, catalizador de policondensación, y MEG, preferentemente el material viscoso comprende una mezcla sustancialmente homogénea que comprende el TPA y MEG o de TPA, EPA, DEG, catalizador de policondensación, y MEG. En algunos modos de realización, la porción principal del material viscoso es de más de un 50 % o mayor y la porción menor del material viscoso es de menos de un 50 % o menor. Más preferentemente, la porción principal del material viscoso es de desde un 60 % a un 80 % y la porción menor del material viscoso es de desde un 40 % a un 20 %, respectivamente.

Los particulados termoplásticos sólidos pueden ser de cualquier forma. Preferentemente, los particulados termoplásticos sólidos tienen una forma uniforme o una forma irregular. Los ejemplos de particulados termoplásticos sólidos que tienen la forma uniforme son pellas y gránulos. Los ejemplos de particulados termoplásticos sólidos que tienen la forma irregular son escamas. En algunos modos de realización, los particulados termoplásticos sólidos son los particulados de RPET y los particulados de RPET comprenden pellas de RPET o, preferentemente, escamas de RPET. Preferentemente, los particulados termoplásticos sólidos tienen una temperatura de fusión que es menor que 300 °C y mayor que la temperatura ambiente (por ejemplo, mayor que 40 °C). Los particulados termoplásticos sólidos pueden tener cualquier tamaño práctico. Preferentemente, al menos un 90 % de los particulados termoplásticos sólidos tienen una longitud máxima de 12 mm y una longitud mínima de 2 mm. En algunos modos de realización, al menos un 95 % de los particulados termoplásticos sólidos tienen una longitud máxima de 10 mm. Más preferentemente, al menos un 95 % de los particulados termoplásticos sólidos tienen una longitud de de aproximadamente 2 mm a aproximadamente 10 mm.

La predispersión o material viscoso puede contener cantidades mucho menores (< 10 % en peso en base al peso total de la predispersión o material viscoso) de otros ingredientes tales como, por ejemplo, un catalizador de policondensación o un aditivo. Los ejemplos de catalizadores adecuados son trióxido de antimonio, dióxido de germanio, alcoholatos de titanio (por ejemplo, alcoholatos ( $\text{C}_1\text{-C}_5$ ) de titanio), o una combinación de los mismos. Los ejemplos de aditivos adecuados son un colorante, estabilizador térmico y blanqueante óptico. Preferentemente, los otros ingredientes se caracterizan como de calidad alimentaria.

Otra etapa del procedimiento de la invención comprende la etapa de mezclado de los ingredientes añadidos mencionada anteriormente. El mezclado o combinación de los ingredientes añadidos en el primer recipiente (por ejemplo, reactor de esterificación) se puede realizar por cualquier medio adecuado (por ejemplo, agitar, remover, revolver, o una combinación de los mismos) para producir una mezcla sustancialmente homogénea.

El primer recipiente (por ejemplo, reactor de esterificación) está adaptado para el mezclado de los ingredientes añadidos, y preferentemente para controlar la temperatura del mismo. Por ejemplo, el primer recipiente puede contener placas guía y un impulsor, en el que el impulsor está en conexión funcional secuencial y en comunicación de giro con un eje de agitación y un motor agitador. De forma alternativa, el mezclado podría agitar el contenido del primer recipiente con una purga de gas (por ejemplo, aire o gas nitrógeno) o revolver el primer recipiente. Preferentemente, el primer recipiente contiene serpentines de calentamiento interno para calentar el contenido del primer recipiente hasta una temperatura adecuada (por ejemplo, de 250 °C a 280 °C para la transesterificación de RPET y la esterificación de TPA/MEG o TPA/IPA/MEG/DEG/catalizador de policondensación). Además, preferentemente el primer recipiente está adaptado para evitar que la pérdida de vapor desde el espacio libre superior del mismo salga hacia una entrada del mismo. En algunos modos de realización, al menos la entrada de alimentación de la predispersión, y más preferentemente la entrada de alimentación de la predispersión y la entrada de alimentación del material viscoso del primer recipiente está en conexión funcional y en comunicación fluida con un condensador(es) para condensar cualquier vapor (por ejemplo, vapor de MEG caliente) que intente dejar el primer recipiente por medio de la entrada de alimentación. Preferentemente, el primer recipiente es un reactor de esterificación tal como un reactor adecuado para preparar los oligómeros de tereftalato de etileno.

El procedimiento de la invención es flexible y en algunos modos de realización contempla etapas adicionales. Por ejemplo, en algunos modos de realización el procedimiento de la invención comprende una etapa o etapas adicionales antes de la etapa de alimentación. En algunos modos de realización, la etapa adicional comprende mezclar los particulados termoplásticos sólidos y la porción principal del material viscoso para dar la predispersión. En la preparación de la predispersión, por ejemplo, las cantidades medidas de los particulados termoplásticos sólidos y la porción principal del material viscoso se pueden dosificar en un mezclador (por ejemplo, un transportador/mezclador de doble husillo) que comprende el segundo recipiente, se puede calentar si se desea, pero no fundir, (por ejemplo, calentar hasta 50 grados Celsius (°C) cuando se usa RPET, que se funde a aproximadamente 245 °C), y se puede mezclar para preparar la predispersión. El mezclado o combinación de los ingredientes para producir una alimentación

se puede realizar por cualquier medio adecuado (por ejemplo, agitar, remover, revolver, o una combinación de los mismos). En algunos modos de realización, el mezclado produce una mezcla sustancialmente homogénea, y más preferentemente una mezcla homogénea. Preferentemente, la predispersión preferentemente se alimenta directamente (por ejemplo, por medio de una conexión directa o por medio de un tubo intermediario) desde el mezclador en el primer recipiente (por ejemplo, reactor de esterificación). Por motivos prácticos, es preferente iniciar el funcionamiento del mezclador usado para preparar la dispersión con el material viscoso solo, calentar el material viscoso en el mismo, si se desea, hasta una temperatura por debajo del punto de fusión de los particulados termoplásticos sólidos, y a continuación dosificar gradualmente en el mezclador incrementando las cantidades de los particulados termoplásticos sólidos hasta que se logre una concentración deseada de particulados termoplásticos sólidos en la predispersión que sale del mezclador. Después de esto, se puede continuar el mezclado en un funcionamiento de flujo continuo o se puede detener temporalmente si se desea. Preferentemente, el material viscoso se prepara por adelantado en un recipiente de preparación individual, que está en conexión funcional y en comunicación fluida por medio de conductos separados tanto con el mezclador como con el primer recipiente de modo que la composición de la porción principal del material viscoso (usada para preparar la predispersión en el mezclador) y la composición de la porción menor del material viscoso (añadida directamente al primer recipiente) son iguales. Preferentemente, el peso del material viscoso que entra directamente en el primer recipiente desde el recipiente de preparación es menor que el peso del material viscoso que deja el recipiente de preparación por el peso del material viscoso añadido en el mezclador. Esto es, preferentemente no se produce filtración ni desecho del material viscoso. Las transferencias por suministro de dichos ingredientes desde sus localizaciones de almacenamiento hasta su localización de preparación o al primer o segundo recipiente, y desde el primer o segundo recipiente hasta las localizaciones posteriores se pueden lograr por cualquier medio de suministro adecuado tal como, por ejemplo, gravedad, un sistema de transporte neumático, bomba (por ejemplo, bomba de desplazamiento positivo), o una combinación de los mismos.

Más preferentemente, el mezclador que comprende el segundo recipiente comprende un transportador/mezclador de husillos (por ejemplo, un transportador/mezclador de doble husillo horizontal), todavía más preferentemente, el transportador/mezclador de doble husillo es una mezcladora de husillos de doble eje (por ejemplo, husillos de transportador Spirator DU-Trough, disponible de Segler-Forderanlagen Maschinenfabrik GmbH, Berge, Alemania). La mezcladora de husillos de doble eje Segler tiene dos husillos engranados que tienen una proporción de aspecto (es decir, proporción de longitud-a-diámetro) de desde 5 a 7. Típicamente, los husillos engranados son autolimpiables y se pueden hacer girar a velocidades variables (es decir, diferentes revoluciones por minuto (rpm), por ejemplo, de 20 rpm a 60 rpm). Preferentemente, la mezcladora de husillos de doble eje Segler está dispuesta en un paso ligeramente hacia abajo con respecto al plano horizontal.

Incluso más preferentemente, la mezcladora de husillos de doble eje Segler se retroadapta con el dispositivo de la invención como se describe posteriormente, y de este modo comprende un aparato de un modo de realización de la invención. Preferentemente, cuando los ingredientes usados para preparar la predispersión comprenden los particulados de RPET y TPA/MEG, permanecen en la mezcladora de husillos de doble eje Segler durante de 35 segundos a 50 segundos. Además, preferentemente se añade sólo la cantidad de los ingredientes en la mezcladora de husillos de doble eje Segler para cubrir solo los husillos dobles, es decir, lo suficiente como para ocupar de un 60 por ciento (%) a un 70 % del espacio volumétrico en la misma. Preferentemente, el caudal de predispersión que deja la mezcladora de husillos de doble eje Segler es de desde 0,4 metros por segundo (m/s) a 0,6 m/s cuando la abertura de salida de la misma tiene un diámetro de 80 mm. Además preferentemente, cuando se emplean particulados de RPET en forma de escamas, la proporción en peso de las escamas de RPET con respecto al material viscoso (que comprende TPA/MEG o TPA/MEG/IPA/DEG/catalizador de policondensación) es de 1:9 o inferior, y más preferentemente de aproximadamente 1:7 a 1:8.

En algunos modos de realización, los particulados termoplásticos sólidos pueden contener contaminantes y una etapa o etapas adicional(es) antes de que la etapa de alimentación retire los contaminantes de los particulados termoplásticos sólidos. Por ejemplo, cuando se obtiene el RPET del PET postconsumo, el RPET puede contener contaminantes que se han introducido durante la recogida y procesamiento del mismo. Los ejemplos de los contaminantes encontrados a veces en el RPET postconsumo son PET coloreados (excluyendo el RPET en colores azul claro o azul oscuro); otros polímeros coloreados (por ejemplo, poliolefinas o polímeros de poli(cloruro de vinilo) coloreados); partículas negras (por ejemplo, de la maquinaria de procesamiento); polvo de hierro, pepitas de aluminio, piedras, madera, vidrio y papel. En dichos modos de realización, las etapas adicionales comprenden el RPET contaminado a través de al menos uno de imanes fuertes (por ejemplo, para la retirada de partículas imantadas tales como el polvo de hierro); una máquina de tamizado (por ejemplo, para la retirada de partículas finas de hasta 2 milímetros (mm) de diámetro, partículas sobredimensionadas que tienen diámetros mayores de 10 mm a 15 mm, preferentemente de 10 mm a 12 mm, o ambos); un sistema de clasificación óptico (por ejemplo, para retirar los plásticos coloreados); o una combinación de al menos dos de los mismos.

En algunos modos de realización, el procedimiento de la invención comprende además otra etapa o etapas después de la etapa de alimentación. Por ejemplo, cuando el procedimiento de la invención emplea los particulados termoplásticos sólidos que comprenden partículas de RPET y el material viscoso que comprende una mezcla sustancialmente homogénea que comprende TPA y MEG o, preferentemente una mezcla sustancialmente homogénea que comprende TPA, IPA, DEG, catalizador de policondensación, y MEG. En algunos modos de realización, la mezcla sustancialmente homogénea comprende TPA, IPA, DEG, y MEG. En algunos modos de



realización, la mezcla sustancialmente homogénea comprende además al menos un aditivo distinto de un monómero para preparar PET, al menos un catalizador adicional (por ejemplo, el catalizador de policondensación u otro catalizador), o una combinación de los mismos. En algunos modos de realización, el procedimiento de la invención comprende además transesterificar el RPET y hacer reaccionar (esterificar) con los ingredientes añadidos TPA y MEG, o preferentemente con los ingredientes añadidos TPA, IPA, DEG, catalizador de policondensación, y MEG, a una temperatura de desde 250 °C a 270 °C de una forma tal para producir una mezcla que comprende PET y oligómeros de tereftalato de etileno en el primer recipiente. En algunos modos de realización, el material viscoso comprende además ácido isoftálico y al menos un catalizador de policondensación; y el procedimiento de la invención comprende además transesterificar el RPET y hacer reaccionar con los ingredientes añadidos TPA, IPA, DEG, catalizador de policondensación, y MEG a una temperatura de desde 250 °C a 270 °C en una forma tal para producir la mezcla que comprende PET y oligómeros de tereftalato de etileno en el primer recipiente. El término "oligómero de tereftalato de etileno" quiere decir una molécula que comprende de 2 a 10, y en algún modo de realización de 2 a 5, residuos de TPA, IPA, MEG, o DEG, en el que existe al menos un residuo de TPA o IPA y al menos un residuo de DEG o MEG, y cualquier residuo adicional es independientemente de TPA, IPA, MEG, o DEG. Los oligómeros de tereftalato de etileno son útiles para preparar PET por medio de la policondensación de los mismos. Las reacciones de esterificación descritas en este párrafo se pueden realizar en los mismos o en diferentes recipientes.

En algunos modos de realización, el procedimiento de la invención emplea el primer recipiente como un primer reactor de esterificación y además emplea un segundo reactor de esterificación, que está en conexión funcional y comunicación fluida con el primer reactor de esterificación. En algunos modos de realización, el procedimiento de la invención comprende además policondensar los oligómeros de tereftalato de etileno para producir PET o poli(isoftalato tereftalato de etileno). Preferentemente, el procedimiento de la invención emplea tres reactores de policondensación en la serie de primer, segundo y tercer reactores de policondensación. En algunos modos de realización, el procedimiento de la invención emplea además una etapa de policondensación de estado sólido corriente abajo de la etapa de policondensación del tercer reactor de policondensación. Más preferentemente, el primer y segundo reactores de esterificación y el primer, segundo y tercer reactores de policondensación están secuencialmente en conexión funcional, y en al menos comunicación fluida periódica, entre sí. Todavía más preferentemente, los ingredientes se mantienen en el primer y segundo reactores de esterificación y primer reactor de policondensación durante un tiempo de residencia promedio y se hacen fluir continuamente a través del segundo y tercer reactores de policondensación. Preferentemente, la presión en cada uno de los reactores se disminuye de una forma en etapas desde un reactor al siguiente reactor en la serie, comenzando a una presión desde ligeramente mayor que la presión ambiente a 0,5 bar (50 kilopascales (kPa, preferentemente de 90 kPa a 50 kPa) en el primer reactor de esterificación y terminando con una presión de aproximadamente 1 milibar (0,1 kPa) en el tercer reactor de policondensación. Preferentemente, la temperatura del contenido en los reactores se incrementa de una forma en etapas que va desde un reactor al siguiente reactor en la serie, comenzando a una temperatura de desde aproximadamente 255 °C a aproximadamente 265 °C en el primer reactor de esterificación (es decir, el primer recipiente) y terminando con una temperatura de desde aproximadamente 265 °C a aproximadamente 285 °C en el tercer reactor de policondensación.

Volviendo al dispositivo empleable en el procedimiento de la invención, naturalmente cada cono de descarga independientemente tiene un extremo proximal que define la abertura corriente arriba y un extremo distal que define la abertura corriente abajo y cada abertura se puede caracterizar por un diámetro o área de sección transversal. Cada cono de descarga del dispositivo tiene una superficie interior que define el espacio volumétrico. Cada superficie interior del cono de descarga independientemente está configurada de tal forma para permitir el funcionamiento libre de obstrucción. Una configuración preferente de la superficie interior del cono de descarga es de una construcción lisa, más preferentemente lisa pulida o recubierta con un recubrimiento no adherente tal como, por ejemplo, un poli(tetrafluoroetileno). Preferentemente, el diámetro de la abertura corriente arriba es como máximo 3,5 veces mayor, y más preferentemente como máximo 3,0 veces mayor que el diámetro de la abertura corriente abajo del cono de descarga.

El diámetro (o área de sección transversal) de la abertura corriente arriba de, y el espacio volumétrico en, cada cono de descarga está dimensionado con relación al diámetro de la abertura corriente abajo del cono de descarga para permitir el funcionamiento libre de obstrucción del mismo según las circunstancias. Los ejemplos de dichas circunstancias son una composición de predispersión particular (que puede influir en la propiedad de adherencia de la predispersión a la superficie interior del cono de descarga); la viscosidad y densidad particulares de la predispersión; y la temperatura y caudal particulares de la predispersión.

El dispositivo puede estar construido de cualquier material adecuado para su uso destinado (por ejemplo, para su uso con una predispersión que contiene los particulados termoplásticos sólidos o fundido de los mismos como el material viscoso). Los ejemplos de materiales preferentes son aleación de aluminio pulido o acero inoxidable. En algunos modos de realización, la superficie interior del cono de descarga comprende un recubrimiento no adherente tal como, por ejemplo, un recubrimiento de poli(tetrafluoroetileno); o el cono de descarga está construido de un material no adherente tal como, por ejemplo, poli(tetrafluoroetileno).

Volviendo al aparato empleable en el procedimiento de la invención, está configurado de tal forma que el dispositivo de la invención restringiría el flujo de cualquier material que se descargue desde la porción de mezclado del aparato en el espacio volumétrico en el dispositivo, en el que la restricción es tal que el material fluiría en el espacio volumétrico en el dispositivo sólo por medio de las aberturas corriente arriba del dispositivo. Preferentemente, la porción de mezclado

del aparato comprende la mezcladora de husillos de doble eje Segler mencionada anteriormente, excepto en que el único cono de descarga y las salidas de la mezcladora de husillos de doble eje Segler se han reemplazado por el dispositivo, y más preferentemente por un dispositivo de la invención de dos conos de descarga como se describe posteriormente en el ejemplo 1.

## 5 Materiales y procedimientos

Comprar RPET de un centro de reciclaje de plásticos (por ejemplo, Waste Management, Inc., Houston, Texas, EE. UU.). Comprar MEG, DEG, catalizador de policondensación, TPA, e IPA de Sigma-Aldrich Company, St. Louis, Missouri, EE. UU. Viscosidad dinámica:

10 Medir la viscosidad dinámica a 20 °C usando un viscosímetro de placa y cono Brookfield CAP-2000 (Brookfield Engineering Laboratories, Inc., Middleboro, Massachusetts, EE. UU.) y el procedimiento de prueba inmediatamente siguiente. Procedimiento de prueba: En caso necesario, calentar el viscosímetro durante aproximadamente 30 minutos. Calibrar el viscosímetro usando una viscosidad estándar por medios convencionales. Fijar el control de temperatura del viscosímetro, dispensar una muestra de prueba sobre la placa, y fijar un cono apropiado (como es conocido) a la misma de modo que la muestra de prueba fijada cubra completamente una cara del cono y se extienda  
15 aproximadamente 1 milímetro más allá del borde del cono. Esperar aproximadamente de 1 minuto a 3 minutos para permitir que la muestra de prueba fijada alcance la temperatura de equilibrio, a continuación ejecutar una medida de la viscosidad de la misma con el cono girando a una tasa apropiada para el cono (como es conocido) y registrar el valor de viscosidad de salida resultante para la muestra de prueba.

20 A continuación se describen los ejemplos no limitantes de la presente invención que ilustran algunos modos de realización específicos y las ventajas mencionadas anteriormente de la presente invención. Los modos de realización preferentes de la presente invención incorporan una limitación, y más preferentemente cualquiera de dos, limitaciones de los ejemplos, limitaciones que de este modo sirven como base para las reivindicaciones adjuntas.

Ejemplo(s) de la presente invención

### Ejemplo 1

25 Un dispositivo de 2 conos de descarga. En la fig. 1a se muestra una vista en perspectiva del dispositivo del modo de realización de la invención de 2 conos de descarga. En la Fig. 1a, que mira ligeramente hacia abajo, el dispositivo de 2 conos de descarga 10 comprende una placa limitadora de flujo 20 y dos montajes de descarga 30. Cada montaje de descarga 30 comprende un cono de descarga 40; un reborde con abertura circunferencial 44; un reborde interior 47 (oculto, véase la fig. 2); un tubo de extensión 50; un reborde con abertura circunferencial 52; un reborde con abertura circunferencial 54; un reborde exterior 57; 8 tuercas roscadas internamente hexagonales 60; 16 arandelas 61; y 8 tornillos roscados externamente hexagonales 62. Los tubos de extensión 50 son opcionales. La placa limitadora de flujo 20 define dos aberturas de unión más grandes 22; una pluralidad de aberturas de unión más pequeñas espaciadas uniformemente 24; y dos aberturas de descarga (no mostrado). Las aberturas de unión 22 están adaptadas para recibir un elemento de fijación o un dispositivo para levantar, suspender o llevar la placa limitadora de flujo 20 o el dispositivo de 2 conos de descarga 10. Ejemplos de un dispositivo de este tipo son cadenas, ganchos (por ejemplo, ganchos de grúa) y cables. Las aberturas de unión 24 están adaptadas para recibir un elemento de fijación (por ejemplo, tornillo roscado externamente) de tal forma que el dispositivo de 2 conos de descarga 10 se pueda unir de forma sellable y firme a una porción de recepción configurada complementariamente de un mezclador (véase el ejemplo 2). El diámetro de una de las aberturas de descarga (no mostrado) de la placa limitadora de flujo 20 se indica entre los puntos 41 y 43. Cada cono de descarga 40 comprende una porción de embudo 42 y un tubo de conexión 45 (oculto, véase la fig. 2). La porción de embudo 42 define una abertura corriente arriba (no mostrado) entre los puntos 41 y 43. El tubo de conexión 45 (oculto, véase la fig. 2) define una abertura corriente abajo (no indicada) de la porción de embudo 42. El diámetro de la abertura corriente abajo (no mostrado) de la porción de embudo 42 del cono de descarga 40 no está indicado y se describe posteriormente en este párrafo. El diámetro de la abertura corriente arriba (no mostrado) de la porción de embudo 42 se indica entre los puntos 41 y 43 y es igual al diámetro de la abertura de descarga (no mostrado) de la placa limitadora de flujo 20. El reborde con abertura circunferencial 52 define una abertura corriente abajo 55 y el reborde con abertura circunferencial 54 define una abertura corriente arriba (no mostrado) que es del mismo tamaño que la abertura corriente abajo 55. El diámetro de la abertura corriente abajo 55 se indica entre los puntos 51 y 53 del reborde con abertura circunferencial 52. El diámetro de la abertura corriente abajo 55 y la abertura corriente arriba (no mostrado) en el reborde con abertura circunferencial 54 es igual al diámetro de la abertura corriente abajo (no mostrado) de la porción de embudo 42 y preferentemente es de aproximadamente 80 mm. El diámetro de la abertura corriente arriba (no indicado) de la porción de embudo 42, que se indica entre los puntos 41 y 43, es menor de 4 veces el diámetro de la abertura corriente abajo (no mostrado) del reborde con abertura circunferencial 44, y, por tanto, es menor de 4 veces el diámetro de la abertura corriente abajo 55 del reborde con  
55 abertura circunferencial 52. Preferentemente, el diámetro de la abertura corriente arriba (no indicado) de la porción de embudo 42 es menor de 320 mm.

La fig. 1b muestra una vista aumentada de una tuerca roscada internamente hexagonal 60; arandela 61; y un extremo de un tornillo roscado externamente hexagonal 62.

La fig. 2 muestra la vista en despiece de los 2 conos de descarga 10 que comprende la placa limitadora de flujo 20 y dos montajes de descarga 30. El tubo de conexión 45 del cono de descarga 40 está conectado de forma sellable al reborde con abertura circunferencial 44. Cada tubo de extensión 50 está conectado de forma sellable a uno de los rebordes con abertura circunferencial 52 y 54. El reborde con abertura circunferencial 54 está conectado de forma sellable al reborde con abertura circunferencial 44 del cono de descarga 40 por medio del reborde interior 47 y montajes de fijación que comprenden tuercas roscadas internamente hexagonales 60; 16 arandelas 61; y 8 tornillos roscados externamente hexagonales 62. Si se desea, se puede interponer una junta (no mostrado) entre los rebordes con abertura circunferencial 44 y 54 y el reborde interior 47 para un sellado adicional de su interconexión.

#### Ejemplo 2

10 Aparato mezclador/transportador de doble husillo que comprende el dispositivo de 2 conos de descarga. En la fig. 3 se muestra una vista parcial descendente del aparato mezclador/transportador de doble husillo que comprende el dispositivo de 2 conos de descarga 10 del ejemplo 1. En la fig. 3, el aparato mezclador/transportador de doble husillo 100 comprende el dispositivo de 2 conos de descarga 10 del ejemplo 1 en conexión funcional sellada a la porción de recepción configurada complementariamente de la porción de mezclado/transporte calentable 110 del mezclador de husillos transportador Spirator DU-Trough mencionado anteriormente de Segler-Forderanlagen Maschinenfabrik GmbH. La porción de mezclado/transporte calentable 110 comprende un conducto de mezclado/transporte 111 (el segundo recipiente) y un medio de mezclado/transporte (no indicado). El medio de mezclado/transporte (no indicado) comprende dos ejes giratorios 112, dos tubos devanados en espiral 113, y una pluralidad de miembros de conexión (no mostrado). El medio de mezclado/transporte (no indicado) está dispuesto en el conducto de mezclado/transporte 111. Cada eje giratorio 112 está dispuesto a lo largo de un eje longitudinal 118 dentro de, y espaciado de, uno diferente de los tubos devanados en espiral 113. Cada tubo devanado en espiral 113 está conectado fijamente (soldado) a uno diferente de los ejes giratorios 112 por medio de alguno de los números (de forma preferente aproximadamente un número igual o una mitad) de la pluralidad de miembros de conexión (no mostrado), que están espaciados secuencialmente alrededor de un eje giratorio 112 a ángulos de aproximadamente 90 grados de los miembros de conexión vecinos más cercanos (visto a lo largo del tubo devanado en espiral 113 *ad rem*) (no mostrado). En la fig. 3 se muestra una parte suficiente del mezclador de husillos de transportador Spirator DU-Trough para ilustrar donde se conecta al mismo el dispositivo de 2 conos de descarga 10.

#### Ejemplo 3

30 Mezclar escamas de RPET y una pasta que comprende TPA, MEG, DEG, IPA, y triacetato de antimonio o etilenglicolato de antimonio como catalizador de policondensación usando el aparato mezclador/transportador de doble husillo para preparar una predispersión. En referencia de nuevo a la fig. 3, el sentido del flujo de los particulados termoplásticos sólidos y material viscoso que se mezclan en la porción de mezclado/transporte calentable 110 del aparato mezclador/transportador de doble husillo 100 del ejemplo 2 para dar la predispersión está indicado por la flecha 120. A continuación se descarga la predispersión a través de las aberturas corriente abajo 55 (véase la fig. 1a) de la porción del dispositivo de 2 conos de descarga 10 del aparato mezclador/transportador de doble husillo 100 como se indica por las flechas 131 y 132. Conectar una tolva (no mostrado) que contiene las escamas de RPET (longitudes de desde 2 mm a 15 mm; preparadas moliendo y retirando cualquier contaminante del RPET postconsumo) y conectar un recipiente de preparación que contiene una cantidad conocida de una pasta que contiene TPA, IPA, DEG, catalizador de policondensación, y MEG para separar las entradas de la porción de mezclado/transporte calentable 110. Desde el recipiente de preparación (no mostrado) que contiene la cantidad conocida de una pasta que contiene TPA, IPA, DEG, catalizador de policondensación, MEG, alimentar continuamente una porción principal dosificada (es decir, cantidad principal) de la pasta en la porción de mezclado/transporte calentable 110 del aparato mezclador/transportador de doble husillo 100 en funcionamiento por medio de una entrada corriente arriba (no mostrado en la vista parcial de la fig. 3) en la porción de mezclado/transporte calentable 110, que se fija para calentar la pasta hasta 60 °C. Cuando la temperatura de la pasta alcanza 60 °C y fluye fuera de la porción del dispositivo de 2 conos de descarga 10 del aparato mezclador/transportador de doble husillo 100 como se indica por las flechas 131 y 132, alimentar gradualmente una cantidad dosificada de escamas de RPET desde la tolva por medio de una entrada separada en la porción de mezclado/transporte calentable 110. Dosificar las escamas de RPET en una cantidad que se incremente gradualmente para dar inicialmente una predispersión que contenga un 0,5 % en peso de escamas de RPET, después un 1 % en peso de escamas de RPET, y por último una concentración de un 9,0 % en peso de las escamas de RPET. Mezclar homogéneamente las escamas de RPET y la pasta en la porción de mezclado/transporte calentable 110 de tal forma para dar finalmente una predispersión a 60 °C que fluye a un caudal de descarga de 0,5 m/s fuera de la porción del dispositivo de 2 conos de descarga 10 del aparato mezclador/transportador de doble husillo 100 como se indica por las flechas 131 y 132. Los ingredientes de la predispersión tienen un tiempo de residencia de 40 segundos en la porción de mezclado/transporte calentable 110 del aparato mezclador/transportador de doble husillo 100. La predispersión se descarga del aparato mezclador/transportador de doble husillo 100 sin obstruir. Recoger la predispersión descargada en un recipiente de almacenamiento (no mostrado).

#### Ejemplo 4

60 Preparar los oligómeros de tereftalato de etileno. Modificar el equipo usado en el ejemplo 3 reemplazando el recipiente de almacenamiento por un reactor de esterificación ajustado internamente con serpentines de calentamiento y un eje de agitación/impulsor conectados de forma funcional a un motor de agitación. Conectar de forma sellable el adaptador

de anillo 52 del dispositivo de 2 conos de descarga 10 del aparato mezclador/transportador de doble husillo 100 a una entrada de ajuste complementaria del reactor de esterificación (no mostrado). Las conexiones funcionales establecen una comunicación fluida. Conectar también una salida separada del recipiente de preparación de pasta a otra entrada del reactor de esterificación. Ajustar las entradas del reactor de esterificación con un condensador de enfriamiento de modo que cualquier vapor de MEG que intente volver a las entradas del mismo se condensa y vuelve al reactor de esterificación. Añadir un taco de prepolímero que comprende una cantidad de oligómeros de tereftalato de etileno en el reactor de esterificación, y calentar el taco de prepolímero en el primer reactor de esterificación a de 255 °C a 265 °C con agitación. A continuación, repetir el procedimiento del ejemplo 3, y en lugar de recoger la predispersión en el recipiente de almacenamiento, alimentar la predispersión desde la porción del dispositivo de 2 conos de descarga 10 del aparato mezclador/transportador de doble husillo 100 directamente en el reactor de esterificación sin obstruir el dispositivo 10 ni la entrada del reactor. Alimentar simultáneamente la porción menor restante (cantidad menor) de la pasta directamente desde el recipiente de preparación en el reactor de esterificación por medio de la otra entrada del mismo sin obstruir la entrada del reactor. El prepolímero se prepara en el reactor de esterificación. Agitar el contenido en el reactor de esterificación y descargar continuamente desde el reactor de esterificación el prepolímero preparado desde el reactor de esterificación a una tasa de flujo de descarga de modo que los ingredientes añadidos residan en el primer reactor de esterificación en un promedio de aproximadamente 60 minutos. El prepolímero preparado descargado desde el reactor de esterificación es útil para preparar PET de calidad alimentaria por procesos de esterificación/policondensación conocidos tales como el descrito previamente en el presente documento.

Como se muestra por los ejemplos, el procedimiento de la invención es útil para exponer el RPET al efecto de transesterificación sustancialmente total de MEG incluso antes de que RPET se funda y no requiere alterar las condiciones de reacción de esterificación. El procedimiento de la invención es útil para mezclar los ingredientes que comprenden los particulados termoplásticos sólidos (por ejemplo, escamas de RPET) y el material viscoso (por ejemplo, una pasta que comprende TPA y MEG, o TPA, IPA, DEG, catalizador de policondensación, y MEG) en el primer recipiente (por ejemplo, un reactor de esterificación) en un periodo de tiempo reducido en comparación con el periodo de tiempo para fundir uno o ambos de los ingredientes y mezclarlos juntos. El dispositivo y aparato de la invención son útiles para descargar la predispersión desde el segundo recipiente sin obstruir el dispositivo, incluso en presencia de vapor de MEG caliente, y son útiles en el procedimiento de la invención.

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de mezclado de ingredientes que comprende particulados termoplásticos sólidos y un material viscoso en un primer recipiente sin fundir en primer lugar los particulados termoplásticos sólidos, comprendiendo el procedimiento alimentar una predispersión que comprende una mezcla sustancialmente homogénea de los  
5 particulados termoplásticos sólidos y una porción principal del material viscoso y alimentar la porción menor restante del material viscoso en un primer recipiente para dar ingredientes añadidos en el primer recipiente; y mezclar los ingredientes añadidos en el primer recipiente, en el que los particulados termoplásticos sólidos comprenden un material termoplástico y la porción principal del material viscoso comprende una cantidad en exceso suficiente de un reactivo para el material termoplástico.
- 10 2. El procedimiento según la reivindicación 1, comprendiendo además el procedimiento una etapa antes de la etapa de alimentación, comprendiendo la etapa adicional mezclar los particulados termoplásticos sólidos y la porción principal del material viscoso para dar la predispersión.
3. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las etapas de alimentación respectivamente consisten esencialmente en alimentar un lote de la predispersión y un lote de la porción restante  
15 del material viscoso en el primer recipiente.
4. El procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en el que las etapas de alimentación respectivamente comprenden alimentar de forma continua la predispersión y la porción restante del material viscoso en el primer recipiente; y el procedimiento comprende además retirar de forma intermitente o continua un producto de reacción del mismo del primer recipiente.
- 20 5. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los particulados termoplásticos sólidos comprenden partículas con forma irregular y las partículas con forma irregular son escamas de poli(tereftalato de etileno) reciclado.
6. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material viscoso tiene una viscosidad dinámica de 200 centipoise o mayor.
- 25 7. El procedimiento según la reivindicación 6, en el que el material viscoso comprende una mezcla sustancialmente homogénea que comprende ácido tereftálico y monoetilenglicol.
8. El procedimiento según la reivindicación 7, en el que el material viscoso comprende además ácido isoftálico y al menos uno de un catalizador de policondensación y dietilenglicol.
- 30 9. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los particulados termoplásticos sólidos comprenden partículas de poli(tereftalato de etileno) reciclado; el material viscoso comprende una mezcla sustancialmente homogénea que comprende ácido tereftálico y monoetilenglicol; la alimentación de la predispersión está a una temperatura de desde 0 grados Celsius a 70 grados Celsius; y el poli(tereftalato de etileno) reciclado comprende de más de un 0 peso por ciento a un 50 peso por ciento del peso total de las partículas de poli(tereftalato de etileno) reciclado más el material viscoso.
- 35 10. El procedimiento según la reivindicación 9, el procedimiento comprende además transesterificar el poli(tereftalato de etileno) reciclado y hacer reaccionar los ingredientes añadidos ácido tereftálico y monoetilenglicol a una temperatura de desde 250 grados Celsius a 270 grados Celsius de tal forma para producir oligómeros de tereftalato de etileno en el primer recipiente.
- 40 11. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, empleando el procedimiento un dispositivo para alimentar la predispersión en el primer recipiente, en el que el dispositivo es eficaz para descargar un material desde un segundo recipiente en el primer recipiente sin que el material obstruya el dispositivo, comprendiendo el dispositivo una pluralidad de conos de descarga; en el que cada cono de descarga tiene aberturas separadas entre sí corriente arriba y corriente abajo en comunicación fluida entre sí, siendo el diámetro de la abertura corriente arriba al menos 4 veces mayor que el diámetro de la abertura corriente abajo; en  
45 el que cada cono de descarga define independientemente un espacio volumétrico entre las aberturas corriente arriba y corriente abajo que está dimensionado y configurado para contener una cantidad no obstructora del material; y en el que cada cono de descarga está adaptado independientemente para recibir la cantidad no obstructora del material en el espacio volumétrico a través de la abertura corriente arriba y descargar la cantidad no obstructora del material fuera del espacio volumétrico a través de la abertura corriente abajo sin obstruir el  
50 dispositivo.
- 55 12. El procedimiento según la reivindicación 11, empleando el procedimiento un aparato para preparar la predispersión y alimentar la predispersión en el primer recipiente, en el que el aparato es eficaz para mezclar un material y en el que el aparato comprende el dispositivo y una porción de mezclado que comprende un segundo recipiente; en el que el segundo recipiente tiene una salida corriente abajo que define una apertura y está conectada de forma sellable al dispositivo alrededor y próxima a las aberturas corriente arriba del dispositivo de tal forma que el dispositivo restringe la apertura de la salida corriente abajo del segundo recipiente a las aberturas

de las aberturas corriente arriba del dispositivo; y el aparato funciona de tal forma que cuando el segundo recipiente del aparato contiene un material, el material se puede descargar desde el aparato por medio del dispositivo sin obstruir el dispositivo.

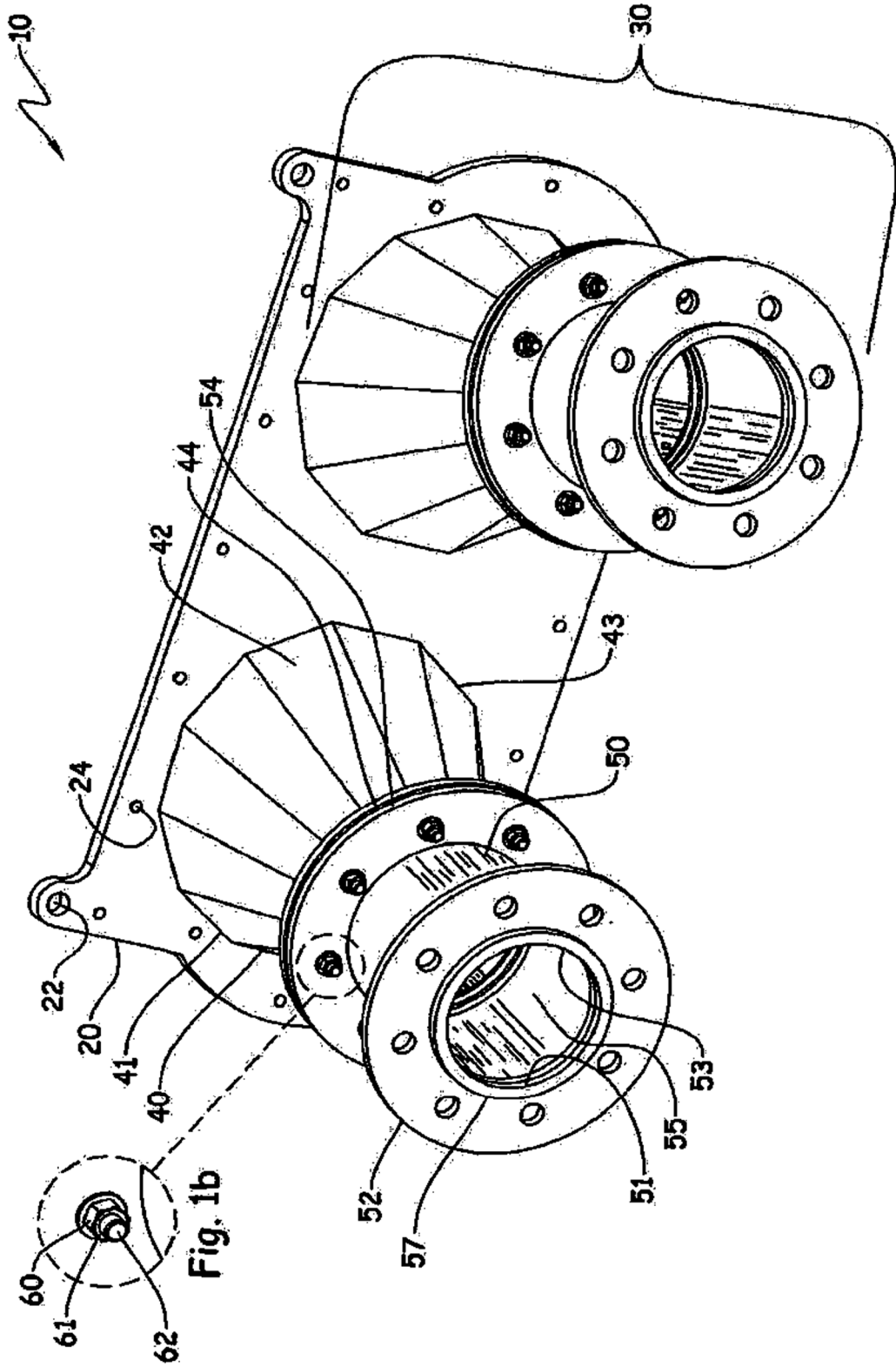


Fig. 1a

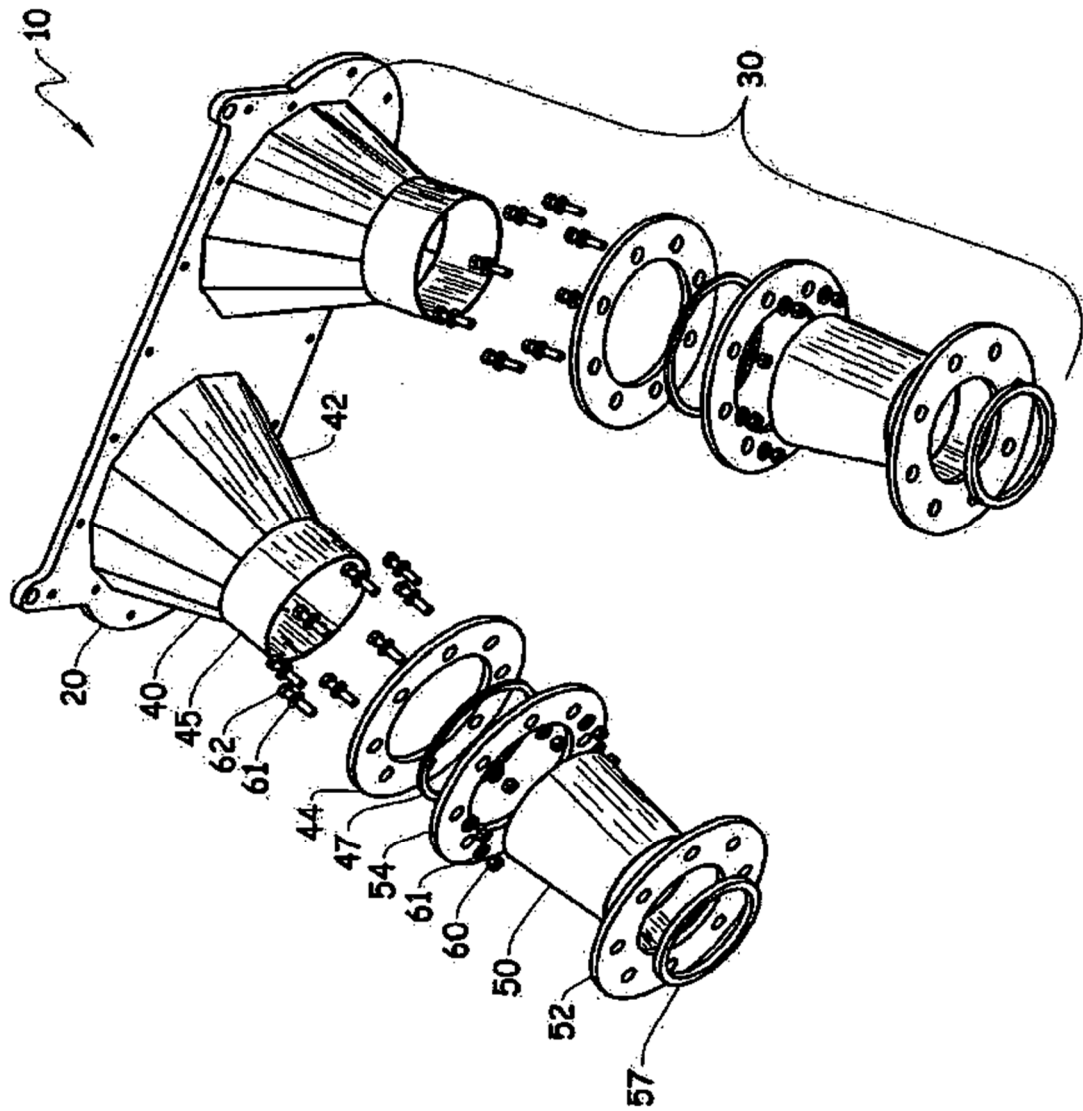


Fig. 2



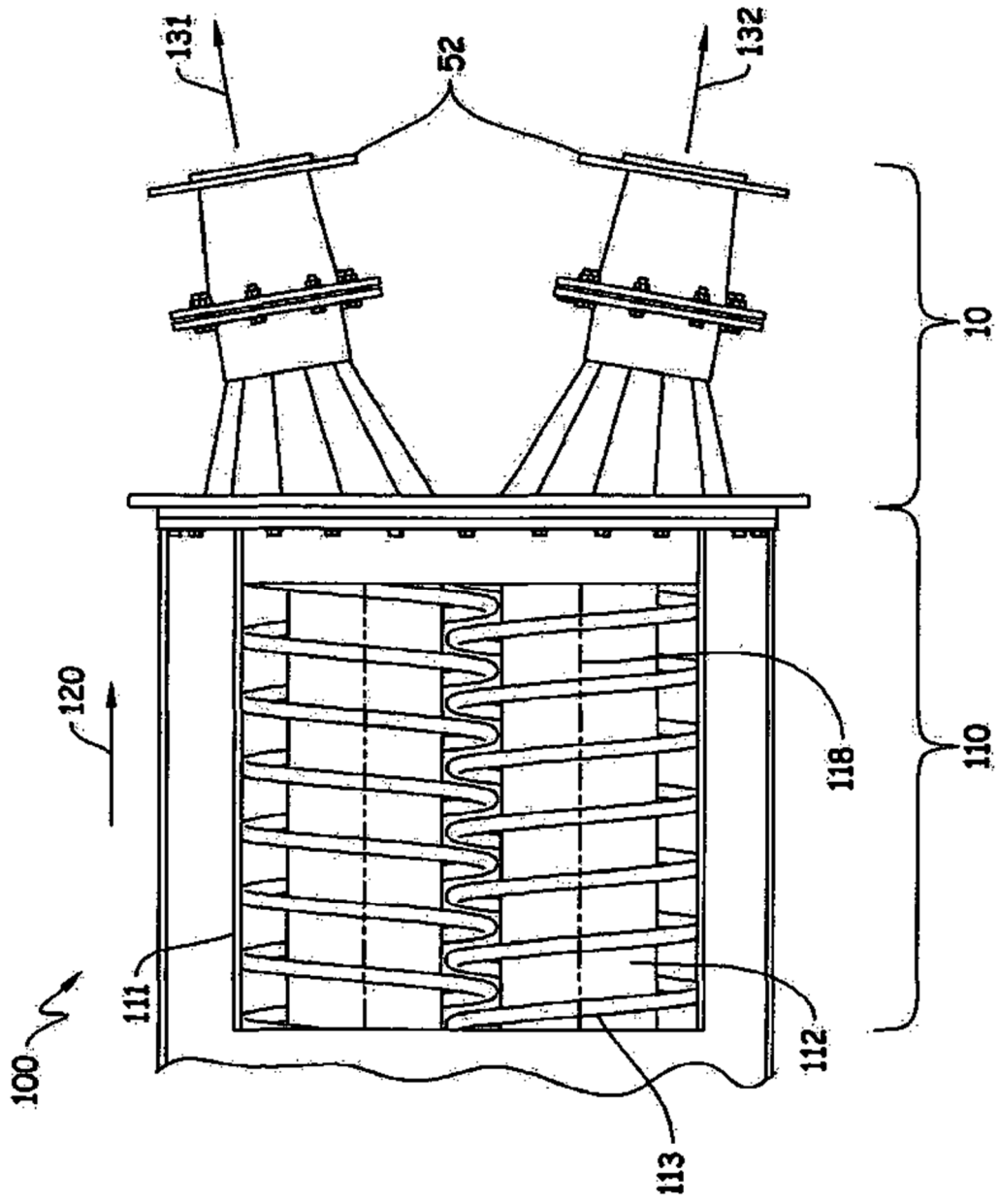


Fig. 3