



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

"ANALISIS DEL PROCESO DE  
RECICLADO DE PVC POR EL  
METODO CRIOGENICO"

T E S I S  
Que para obtener el título de  
INGENIERO QUIMICO  
P r e s e n t a

ROQUE ANTONIO HERNANDEZ SANDOVAL



México, D. F.

1996

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

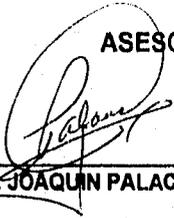
## JURADO ASIGNADO

**PRESIDENTE:** Prof. Fernando Malanco Covarrubias.  
**VOCAL:** Prof. Joaquín Palacios Alquisira  
**SECRETARIO:** Prof. Blas Flores Pérez.  
**1er. SUPLENTE:** Prof. Marco Antonio Uresti Maldonado.  
**2do. SUPLENTE:** Prof. María del Rocio Cassaigne Hernández

**SITIO DONDE SE DESARROLLA EL TEMA:**

**FACULTAD DE QUIMICA, CIUDAD UNIVERSITARIA.**

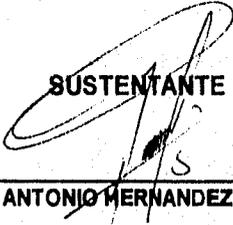
**ASESOR**



---

**DR. JOAQUIN PALACIOS ALQUISIRA**

**SUSTENTANTE**



---

**ROQUE ANTONIO HERNANDEZ SANDOVAL**

## **AGRADECIMIENTOS**

### **A Dios**

Por permitirme alcanzar una de mis más anheladas metas.

### **A mis padres**

Antonio Hernández Salazar y Evangelina Sandoval Ochoa por su sincero y profundo apoyo durante toda mi vida,

### **A mi esposa y a mis hijas**

Patricia Díaz Hernández, Andrea y Paulina que con gran sacrificio personal me han apoyado incondicionalmente.

### **A mis Hermanos**

Martha Catalina, Francisco y María Antonieta por su invaluable apoyo en todo momento.

### **Al Doctor Joaquín Palacios Alquisira**

Por el valioso tiempo que dedicó a examinar este material y por proporcionarme retroalimentación y aliento.

A la memoria de un gran amigo **Arturo Barrios García** de quien recibí maravillosos consejos.

A todas aquellas personas que me brindaron amablemente su amistad, apoyo y tiempo para la elaboración de este trabajo.

# ANALISIS DEL PROCESO DE RECICLADO DE PVC POR EL MÉTODO CRIOGÉNICO.

## INDICE

	Pag.
<b>INTRODUCCIÓN</b>	
<b>CAPITULO 1 GENERALIDADES.</b>	
1.1. ¿QUE ES EL CLORURO DE POLIVINILO?	1
1.2. CLASIFICACIÓN	1
1.3. PROPIEDADES TÍPICAS DEL PVC COMO RESINA	2
1.4. PROPIEDADES TÍPICAS DEL PVC PLASTIFICADO	4
1.5. TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA	4
1.6. FACTORES QUE AFECTAN LA TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA	6
1.7. PROCESOS DE FABRICACIÓN DE LA RESINAS DE PVC	7
1.8. APLICACIONES DE LA RESINA DE PVC	9
<b>CAPITULO 2 SISTEMAS CRIOGÉNICOS</b>	
2.1. TEMPERATURAS CRIOGÉNICAS	12
2.2. ENFRIAMIENTO DE MATERIALES MEDIANTE SISTEMAS CRIOGÉNICOS	12
2.3. METODOS DE REDUCCIÓN DE MATERIALES.	16
2.4. PROPIEDADES DE LOS LÍQUIDOS CRIOGÉNICOS Y LIMITANTES EN SU USO	18
<b>CAPITULO 3 RECICLADO POR MOLIENDA CRIOGÉNICA.</b>	
3.1. DESCRIPCIÓN GENERAL DEL PROCESO	22
3.2. DESCRIPCIÓN DE EQUIPOS PRINCIPALES	27
3.3. DESCRIPCIÓN DE EQUIPOS AUXILIARES	45
3.4. APLICACIONES DEL MÉTODO	51
3.5. VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE LA MOLIENDA CRIOGÉNICA V.S.MOLIENDA AMBIENTAL	54
<b>CAPITULO 4 ETAPA EXPERIMENTAL</b>	
4.1. DESCRIPCIÓN DEL EXPERIMENTO	56
4.2. ANÁLISIS GRANULOMETRICO POR EXPERIMENTO	61
4.3. PRODUCTO TERMINADO	62
4.3.1. CONSIDERACIONES DURANTE LA ETAPA DE EMBALAJE	62
<b>CAPITULO 5 ANÁLISIS DE RESULTADOS</b>	
5.1 BALANCE DE MATERIALES	64
5.2 RESUMEN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS EXPERIMENTALES	67
<b>CAPITULO 6 CONCLUSIONES</b>	93
<b>BIBLIOGRAFIA.</b>	96

## INTRODUCCIÓN.

¿ Porqué reciclar?. El reciclado es un simple proceso que puede ayudarnos a resolver muchos de los problemas creados por nuestra moderna forma de vida. En recientes años ha habido una gran conciencia por la conservación de nuestros recursos naturales. Como una alternativa, el reciclado de objetos de desecho y otros desperdicios sólidos se ha estado incrementando, dada la necesidad de ayudar a aliviar la escases de materiales vírgenes.

Sin embargo las aspiraciones del reciclado en algunos casos se ha visto limitada debido a que el costo de los materiales recuperados es mucho más alto que el precio de sus complementos vírgenes. Por ello nuevas técnicas de procesamiento están siendo desarrolladas para reducir el costo de los materiales recuperados y hacerlos competitivos en los mercados.

Desde la década anterior , el incremento en el costo de las materias primas y la fluctuación en la disponibilidad de las mismas, han provocado que los industriales se interesen más en el reciclado de hules y componentes plásticos que se generan como desperdicio, obteniéndose beneficios económicos, además de colaborar en la reducción de la contaminación producida por estos materiales. Por otro lado, la continua necesidad de crear nuevos materiales, ha generado como resultado el desarrollo de nuevos polímeros a partir de mezclas, aleaciones y cargas, con el propósito de satisfacer las necesidades mencionadas con anterioridad.

Por muchos años los procesos de pulverizado para la reducción de tamaño de partículas han sido utilizados para el procesamiento de minerales, rocas, metales, sustancias químicas, farmacéuticas y especias. El intenso desarrollo tecnológico que ha tenido lugar en los últimos 20 años ha permitido una expansión importante en la industria de los plásticos. Este crecimiento ha sido acompañado por una gran demanda de procesos de pulverizado que garanticen la obtención de partículas muy finas y tamaños óptimos de partícula para aplicaciones específicas. Los requerimientos antes mencionados han permitido desarrollar un sistema de pulverizado a baja temperatura conocido como molienda criogénica. Esta tecnología ha sido aplicada a la recuperación de materiales que anteriormente eran difíciles de procesar y que actualmente encuentran en el reciclado criogénico una vía de utilización.

El proceso de reciclado criogénico está basado en el principio de que muchos materiales manifiestan características de fragilidad y rigidez cuando su temperatura es reducida por debajo de los 0° C. Bajo estas condiciones los materiales se comportan como un "vidrio" y consecuentemente pueden ser fracturados con facilidad. En el caso específico de los hules y materiales termoplásticos la temperatura a la cual presentan este comportamiento es conocida como: Temperatura de Transición Vítrea. El hule natural por ejemplo que es dúctil a temperatura ambiente podrá ser fracturado fácilmente como un trozo de vidrio cuando esta temperatura sea reducida por debajo de -62°C (-80°F).

Esta condición se logra alcanzar mediante el uso de nitrógeno líquido a una temperatura de -196 °C. Otros líquidos criogénicos comunes como el oxígeno, argón, hidrógeno, helio, dióxido de carbono, se ven desfavorecidos por aspectos de seguridad, costo, disponibilidad y capacidad de refrigeración, con respecto al nitrógeno, por lo tanto estas características hacen de este elemento el más factible para esta aplicación.

La molienda criogénica representa una oportunidad para el reciclado de una amplia gama de polímeros como son: Hule natural, SBR, Neopreno, Hule nitrilo, Silicon, Poliuretano, Polietileno, Nylon, Polipropileno, PVC, logrando producir tamaños promedio de partícula hasta de 250 micras y más finos aún comparados con la molienda a temperatura ambiente.

Otra ventaja más del sistema es que los requerimientos de potencia son menores puesto que el pulverizado es efectuado en una sola etapa, además dado que el proceso es llevado a cabo bajo condiciones inertes es posible reducir riesgos de fuego o explosión y prevenir posibles reacciones de oxidación.

El actual estudio está enfocado al reciclado de PVC como uno de los polímeros más versátiles, con el cual se pueden lograr una gran diversidad de productos mediante formulaciones con aditivos.

Dentro de las principales aplicaciones del PVC se encuentra la tela plástica o tela recubierta para uso en prendas de vestir, vestiduras de autos, pisos, recubrimientos para paredes, cortinas para baño, manteles, calzado, bolsas, artículos domésticos, etc., estos productos a base de este tipo de resina a diferencia de otros productos plásticos tienen ciclos de vida útil muy largos y presentan por lo tanto la posibilidad de ser reciclados, es por esta razón que el presente estudio está enfocado al reciclado criogénico que realmente poco auge ha tenido en nuestro país y su poca aplicación ha tenido mayor aceptación en el reciclado de la resina de PVC.

## CAPITULO 1 GENERALIDADES

### 1.1 ¿QUE ES EL CLORURO DE POLIVINILO?

El PVC (Cloruro de polivinilo) es un polímero termoplástico que tiene la característica de poder cambiar su forma y estructura al variar la temperatura. Se obtiene apartir de la polimerización vía radicales libres del monómero de cloruro de vinilo (VCM) y con el uso de un catalizador como promotor. Apartir de esta reacción se obtiene un polímero lineal, en el cual los átomos de cloro provocan un aumento en la atracción molecular lo que trae como consecuencia un incremento en la dureza y rigidez del polímero.

### 1.2. CLASIFICACIÓN.

La resina de PVC puede obtenerse como homopolímero si solo está formado de cloruro de vinilo, estos tienen la característica de ser factibles a descomposición cuando son procesados a altas temperaturas o bien como copolímero si se combina monómero de cloruro de vinilo con cantidades menores de algún otro monómero como puede ser: Acetato de vinilo, etileno, polipropileno, acrilatos y acetato de vinilideno.

Tanto el homopolímero como el copolímero se encuentran como productos en forma de polvos blancos que después de ser formulados con ingredientes auxiliares se transforman en una gran variedad de productos plásticos a través de los diferentes tipos de procesos de polimerización como son: Masa, Suspensión, Emulsión y Solución. Gracias a esto el PVC lo podemos encontrar en diferentes presentaciones:

- 1. Resina:** Polímero puro no procesable por sí mismo, pero es la base para elaborar los compuestos de PVC.
- 2. Compuestos Rígidos:** Resina mezclada con aditivos, prácticamente sin plastificantes.
- 3. Compuestos Flexibles:** Resina mezclada con aditivos con más de 25% de resina.
- 4. Compuestos Semirígidos:** Mezcla con concentración intermedia de plastificantes (Menor a 25% de resina).
- 5. Plastisoles:** Dispersión de resina de pasta en plastificante.
- 6. Organosol:** Plastisol con más de 10% de resina de disolventes o diluyentes.

### 1.3. PROPIEDADES TÍPICAS DEL PVC COMO RESINA.

Todas las propiedades o características del polímero dependen enteramente de la formulación usada y de su procesado, pero como resina presenta las siguientes propiedades.(7,8,10,11,12,16,17)

Es un polvo de color blanco con estructura amorfa, inodoro e insípido, es fisiológicamente inofensivo, difícilmente inflamable y no arde por si mismo, su tamaño varía de acuerdo al proceso de polimerización pero normalmente se puede obtener desde 0.2 a 200 micras (16).

PROPIEDADES ANALÍTICAS:		MÉTODO DE PRUEBA (ASTM)
DENSIDAD (gr/c.c.)	1.38-1.40	D 792
ABSORCIÓN DE AGUA (% a 21°C)	0-0.2	D 570
ÍNDICE DE REFRACCIÓN	1.52-1.55	D 542
DUREZA ROCKWELL (SHORE D)	A65-85	D 785
CALOR ESPECÍFICO (Cal/ g K)	0.19-0.21	-----
EFFECTOS A ÁCIDOS DEBILES	NINGUNO	D 543
EFFECTOS A BASES DEBILES	NINGUNO	D 543
EFFECTO A ÁCIDOS FUERTES	NINGUNO A LIGERO	D 543
EFFECTOS A BASES FUERTES	NINGUNO A LIGERO	D 543
GRADO LÍMITE DE INCENDIO EN O2(%)	37-46	D 2863
<b>PROPIEDADES MECÁNICAS:</b>		
ELONGACIÓN (%) a 21°C	10-40	D 638
RECUPERACIÓN ELÁSTICA(%)	70-90	D 882
RESISTENCIA A LA TENSION (psi)	5,800	D 636
RESISTENCIA AL IMPACTO (ft lb) IZOD	0.5-20	D 256
MODULO DE TORSIÓN (GPa)	0.8-1.0	D 638

### PROPIEDADES TÉRMICAS:

CONDUCTIVIDAD TÉRMICA(W/m K)	0.16-0.17	C 177
TEMPERATURA TRANSICIÓN VÍTREA (°C)	70-85	D-3418
TEMPERATURA DE FUSIÓN (°C)	160-200	D 3418

### PROPIEDADES ELÉCTRICAS:

RESISTENCIA ELEC.ESPECIF.(ohm cm).	$10^{12}$ - $10^{14}$	D 257
RESISTENCIA DIELECTRICA (volts/mils)	250-425	D 149

Los compuestos de PVC presentan gran poder de aislamiento eléctrico que se mejora con la adición de aditivos. Las resinas de emulsión y solución poseen pobres propiedades dieléctricas debido a la presencia de estabilizadores durante la polimerización.(6)

El PVC presenta gran solubilidad en los siguientes disolventes: ciclohexanona, tetrahidrofurano, hidrocarburos clorados y dioxano.

El PVC que se fabrica para uso con características flexibles debe poseer suficiente y uniforme porosidad para absorber plastificante rápidamente. En cambio en el PVC con características rígidas la porosidad es menos importante.

Con respecto al peso molecular es muy variable puede ir desde unidades de 50,000 a 150,000, influyendo este valor en las propiedades mecánicas y analíticas del polímero. A medida que el peso molecular aumenta, se mejoran las propiedades como la tensión, elongación, compresión, impacto, aumenta la resistencia química a disolventes, ácidos y bases, también aumenta la estabilidad térmica, el punto de fusión, la resistencia al envejecimiento pero disminuye la procesabilidad y la solubilidad.(5,12,18)

Ahora bien si disminuye el peso molecular, las temperaturas de procesamiento serán más bajas y más fácilmente procesables, el brillo y la capacidad de aceptación de carga es mejor y la fragilidad a baja temperatura es mayor.

#### 1.4. PROPIEDADES TÍPICAS DEL PVC-PLASTIFICADO.

		MÉTODO DE PRUEBA (ASTM)
PESO ESPECÍFICO	1.16 - 1.35	D-792
DUREZA ROCKWELL (SHORE D)	A40 - 100	D-785
CALOR ESPECÍFICO (Cal/ g K)	0.3-0.5	
COEF. LINEAL DE EXPANSIÓN TÉRMICA ( $K^{-1} \times 10^5$ )	7 - 25	D-698
CONDUCTIVIDAD TÉRMICA (W/m K)	0.126-0.167	C-177
ELONGACIÓN (%) a 21°C	200-450	D-638
RESISTENCIA A LA TENSIÓN (psi)	1,500-3,500	D-638
RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN (psi)	900-1,700	D-638
RESISTIVIDAD EN VOLUMEN (ohm cm)	$10^{11}$ a $10^{15}$	D-257
RESISTENCIA DIELECTRICA (volts/mils)	300 - 1000	D-149
CONSTANTE DIELECTRICA a 1 KHz	4 - 8	D-150
MEDIOS DAÑINOS	NINGUNO	D-543
TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA (°C)		
20 % PLASTIFICADO con Ftalato de Dioctilo (DOP)	5	
30 % PLASTIFICADO con Ftalato de Dioctilo (DOP)	-5	

#### 1.5. TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA.

A nivel microscópico el material polimérico a baja temperatura puede ser visto como un sólido duro, rígido y frágil en el cual las moléculas están estrechamente unidas por combinaciones de fuerzas físicas y químicas. A temperaturas altas, los polímeros se vuelven líquidos muy viscosos en los cuales las mismas cadenas están constantemente en movimiento cambiando su forma y deslizándose unas sobre otras.(11)

El polímero puede solidificarse formando un material amorfo o uno cristalino. Los polímeros con fuertes irregularidades en su estructura tienden a formar sólidos amorfos y los polímeros con cadenas muy simétricas tienden a cristalizar.

En el Cloruro de Polivinilo, uno de los sustituyentes es el cloro, átomo de gran tamaño y alta polaridad. La resistencia al giro de los segmentos que lo conforman es muy grande y por lo tanto lo hacen muy irregular, con un grado de cristalinidad que no sobrepasa el 20%.(11).

Durante el proceso de reducción de temperatura, el polímero puede presentar tres posibles condiciones o estados. En la figura 1.1 se observan las transiciones en las cuales puede localizarse el estado del polímero.

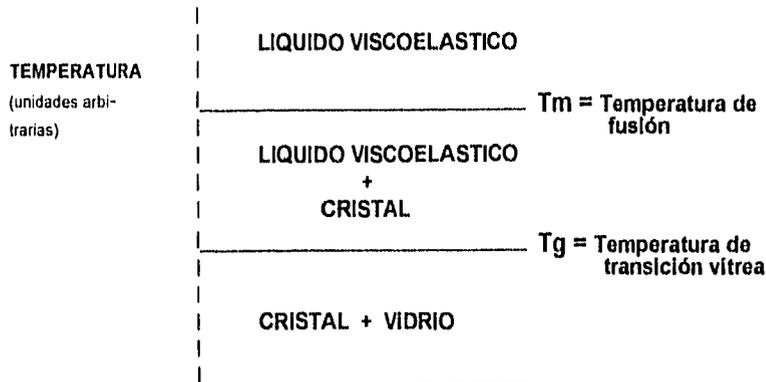


Figura 1.1. Localización de estados de acuerdo a las temperaturas de fusión y vítrea

El primer estado representa una condición bajo la cual la rotación en los enlaces se vuelve imposible debido a las barreras de energía que encuentra un elemento cuando trata de moverse más allá de otro elemento en una cadena adyacente, el polímero se contrae porque las moléculas no se mueven en lo absoluto, quedan atrapadas en un estado caótico, desordenado y enmarañado. Disminuye el volumen libre, y por lo tanto no hay manera de amortiguar los impactos y el material se vuelve quebradizo. Se dice entonces que el material se vuelve **vítreo** y a alcanzado la **temperatura de transición vítrea**.(6,11,16)

El segundo estado será alcanzado cuando la temperatura del polímero se incremente, las moléculas pueden acomodarse entre sí de tal manera que la atracción intermolecular estabiliza las cadenas en una estructura regular aún cuando existan barreras intramoleculares. Este estado tiene lugar por encima de la temperatura de transición vítrea y por debajo de la temperatura de fusión del material y corresponde a un estado **crystalino**. Entre  $T_m$  y  $T_g$  los cristales están embebidos en una matriz más o menos elástica y el material se vuelve correoso .

Si la temperatura asciende, el movimiento molecular será más intenso y con mayor facilidad, el polímero se vuelve un **líquido viscoelástico**, en el cual la red polimérica es estable y corresponde a una temperatura superior a la de fusión.(11,18)

## 1.6. FACTORES QUE AFECTAN LA TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA.

Durante la etapa de fabricación un factor que influye directamente sobre la temperatura de transición vítrea  $T_g$  es la temperatura de polimerización de la resina. Para el caso de la resina de PVC comercial este valor oscila entre los 68 y 100 °C. La tabla 1 muestra valores experimentales de  $T_g$  medidos por diferentes métodos en muestras polimerizadas a diferentes temperaturas. (6,7,13,14 y 15).

Los datos muestran un decremento aproximadamente lineal de la  $T_g$  con respecto al incremento de la temperatura de polimerización. La aplicación de la siguiente ecuación a los valores de temperatura de polimerización de la tabla arroja valores de  $T_g$  muy similares a los de los métodos anteriormente citados.

$$T_g = 93.4 - 0.20 \times T_{pol}$$

Donde:  $T_g$  = Temperatura de transición vítrea  
 $T_{pol}$  = Temperatura de polimerización

Aplicando esta ecuación la temperatura de transición vítrea para la resina de PVC pura es de 81 °C (7).

Tabla 1 Temperaturas de transición vítrea del PVC.

TEMPERATURA DE POLIMERIZACIÓN	TEMPERATURA DE TRANSICIÓN VÍTREA °C	Ref.
125	68	15
90	75	15
60	85	30
40	80	15
-10	90	15
-15	105	30
-20	95	31
-30	100	14
-40	105	14
-50	106	14
-60	110	31
-80	100	15

Para el caso de los copolímeros, la  $T_g$  puede ser determinada aproximadamente mediante la siguiente ecuación:

$$1/T_g = w_1/T_{g1} + w_2/T_{g2}$$

Donde  $w_1$  y  $w_2$  representan las fracciones en peso de los dos componentes homopolímeros y  $Tg_1$  y  $Tg_2$  representan las temperaturas de transición de cada homopolímero (13).

Otros factores que afectan la temperatura de transición vítrea son: (6,7)

- Dobles o triples enlaces en la cadena polimérica, o anillos que no permitan la rotación a cualquier temperatura sin que suceda el rompimiento de algún enlace.
- Cadenas cortas o largas del polímero.
- Polímero homogéneo o copolímero.
- El polímero puede estar disuelto en otro polímero de peso molecular más bajo.

### 1.7. PROCESOS DE FABRICACIÓN DE LAS RESINAS DE PVC. (1,5,7,8,9,16).

La producción de la resina de PVC se realiza mediante la polimerización del monómero de cloruro de vinilo y para ello se han desarrollado cuatro procesos básicos:

#### a). Polimerización en Suspensión.

Tradicionalmente, éste proceso ha sido el más utilizado para producir homopolímeros y copolímeros. Este proceso se lleva a cabo en reactores enchaquetados de acero inoxidable, provistos con baffles y agitadores para garantizar la dispersión del monómero en el agua.

Para llevar a cabo la reacción de polimerización se utiliza la siguiente formulación:

COMPONENTES	PARTES POR CIENTO DE RESINA
Monómero de cloruro de vinilo	100
Agua desionizada y deaerada	200
Catalizador	1
Agente de suspensión	2

Este proceso utiliza el peróxido de laurilo como catalizador de la reacción, el cual es soluble en el monómero y se emplea agua como fase continua. Debido a que el monómero de cloruro de vinilo es insoluble en el agua es necesaria una agitación vigorosa para formar una dispersión, esto se logra adicionando alcohol polivinílico como agente de suspensión que además al ser soluble en agua reduce la aglomeración de partículas en las paredes del reactor, incrementa la viscosidad del agua y cubre la superficie de las partículas del polímero evitando también que se depositen al reactor. En la etapa final de

la reacción el monómero que no reaccionó se separa reduciendo la presión de operación, obteniéndose partículas de resina porosa. El producto polímero-agua, se separa por centrifugación al vacío para eliminar el agua, continuando con el secado y enfriado de la resina para reducir el contenido de humedad, posteriormente la resina se tamiza y se empaca.

Las condiciones de operación del proceso fluctúan entre los 50 y 80 °C, con una presión de 130 a 180 Psig (16) y un tiempo de reacción de 15-20 horas, con una agitación continua se puede lograr un grado de conversión de un 90 %. Mediante éste proceso se obtienen perlas duras con un tamaño entre las 45 - 400 micras. El tamaño y porosidad de la resina dependerá del tipo y cantidad del agente de suspensión, de la agitación, de la temperatura y de la relación agua-monómero.

#### **b). Polimerización en Masa.**

La polimerización en masa a escala industrial se realiza en dos etapas. La primera se inicia con una prepolimerización llevada a cabo en un reactor obteniéndose un grado de polimerización de entre 8 y 10 %.(16) en una segunda etapa la mezcla prepolimerizada es transferida a un reactor autoclave equipado con agitadores de rotación lenta durante un periodo de 10 a 12 horas o más dependiendo de la cantidad de producto formada. Las partículas de polímero obtenido presentan un alto grado de porosidad, con diámetros de 70-170 micras.

Las variables más importantes de controlar durante el proceso son la temperatura que oscila entre los 50-60°C y la agitación. Es común que por éste proceso se obtengan únicamente resinas de tipo homopolímero.

#### **c). Polimerización en Emulsión.**

Este proceso se lleva a cabo en equipos similares a los utilizados en la polimerización en suspensión. El polímero se dispersa en agua desionizada y deaerada mediante el uso de agentes emulsificantes tales como jabones o agentes tensoactivos como el lauril sulfato de sodio, estearato de amonio, sales de ácidos palmítico, esteárico y mirístico. En estas condiciones, el monómero se emulsifica mediante la agitación vigorosa formando pequeñas gotas en el medio continuo (agua), mismo en el que se encuentran disueltos el catalizador y el agente emulsificante.

La formulación utilizada para esta polimerización es la siguiente:

<b>COMPONENTES</b>	<b>PARTES POR CIENTO DE RESINA</b>
Monómero de cloruro de vinilo	100
Agua desionizada y deaerada	150
Agente emulsificante	2
Catalizador	2

Esta reacción requiere de un tiempo aproximado de 24 horas, dependiendo del grado de conversión deseado. El reactor opera a una temperatura de 40 a 50 °C, a temperaturas de operación más altas se obtendría un PVC con peso molecular más bajo y más inestable térmicamente.

Durante la etapa final de la reacción, el monómero que no reacciona es desalojado con una bomba de vacío, y el polímero es secado por aspersion, rompiendo previamente la emulsión de polímero en agua con la adición de un ácido. Mediante éste proceso se obtienen resinas con tamaño de partícula muy pequeña entre 1 y 20 micras. Además se pueden obtener resinas de tipo homopolímero y copolímero.(1,3,5)

#### **d).Polimerización en Solución:**

Resulta ser la polimerización menos comercial, debido a sus altos costos de producción. Esta técnica utiliza un disolvente conteniendo un monómero disuelto y durante la polimerización el polímero obtenido precipita por la razón de que es insoluble en el disolvente; los más utilizados son el benceno, ciclohexano y tetrahidrofurano.

Debido a que este proceso no utiliza agua se simplifica la separación del producto puesto que éste precipita y se evita la operación de secado. Además elimina el uso de emulsificantes o agentes de suspensión dando como resultado un producto de bajo nivel de impurezas.

El catalizador utilizado es el peróxido de benzoylo al 0.005 % peso, el tamaño de partícula es demasiado fino de aproximadamente 0.2 micras.

### **1.8. APLICACIONES DE LA RESINA DE PVC.**

Una vez que el PVC ha sido procesado tiene una gran diversidad de usos y aplicaciones gracias a sus múltiples propiedades. En la actualidad se clasifican en el mercado de acuerdo a su aplicación, tomando en cuenta el proceso de fabricación, tipo de resina y los productos finales obtenidos (4,5,29).

#### **CAMPO DE APLICACIÓN**

**1. RÍGIDO**

**2. FLEXIBLE**

**3. EMULSIÓN**

<b>1. RÍGIDO</b>	TUBERÍA Y CONDUIT BOTELLA PERFILES DISCOS PELÍCULA RÍGIDA
<b>2. FLEXIBLE</b>	CALZADO PELÍCULA FLEXIBLE CABLE Y ALAMBRE RECUBRIMIENTO DE TELA LOSETA PERFILES VARIOS
<b>3. EMULSIÓN</b>	TELA PLÁSTICA PLASTISOL PLASTILATA JUGUETES VARIOS

### **1. RÍGIDO.**

- a). Tubería: Fabricada para tubos y conexiones del tipo hidráulico y sanitario, empleados para la construcción en unidades habitacionales y de servicio público.
- b). Botella: Para la producción de envases, cubriendo una amplia gama de usos en la industria alimenticia para aceites comestibles, vinagre, jugos, en la industria farmacéutica, la de cosméticos o bien la de limpiadores y detergentes.
- c). Perfil Rígido: Se producen principalmente: cancelería, marcos para ventana, muebles tipo ratan, muebles para jardín, albercas, persianas, puertas integrales y plegadizas.
- d). Discos: Fabricación de discos fonográficos. (Con muy poca aplicación).
- e). Película Rígida: Para la industria del empaque y como sustituto del cartón, otras aplicaciones son: película encogible para discos y pilas secas, tarjetas de crédito, regalos, mosaico de PVC termoformado, micas para proteger papeles y para recubrimiento de muebles que imiten la madera.

### **2. FLEXIBLE.**

- a). Calzado: Producción de suelas para zapato-tenis, de fantasía y zapato "todo de plástico".

b).Película Flexible: Sus aplicaciones son en forros de carpetas, cintas adhesivas, envolturas, bolsas de cosméticos, pañales desechables, cortinas para baños y empaque de alimentos.

c).Cable: Como recubrimiento de alambres y cables para conducción de energía eléctrica en diferentes calibres, de telefonía y clavijas para diversos aparatos.

d).Recubrimiento de Tela: Fabricación de películas de PVC sobre telas para tapicería, para la industria del vestido, zapatería y tapiz para pared, en el mercado de la decoración, artículos de escritorio, agendas, carpetas portarretratos, petacas y portafolios.

e).Loseta: Producción de losetas para pisos.

f).Perfiles: Fabricados para la industria automotriz y de la construcción. Producción de mangueras para jardín, de riego, ventilación, conducción de aire comprimido y líquidos a baja presión.

g).Varios: Se producen piezas para torres de enfriamiento, rizadores para cabello, asientos para bicicleta, manubrios, piezas eléctricas, monofilamentos para escobas, cordón vinílico y tapas de licuadora entre otros.

### **3. EMULSIÓN.**

a).Tela plástica: Fabricación de pieles sintéticas, lonas de camión y manteles individuales.

b).Plastisol: Elaboración de muñecas, filtros de aire, pelotas, carpetas sintéticas y conos de tránsito.

c).Plastilata: Esta aplicación ha venido a substituir al corcho, que en la actualidad es escaso y caro, sus aplicaciones están en los recubrimientos para las coronas de los envases de refrescos y tapas de frascos.

d).Varios: Se incluyen en esta categoría algunos artículos de tamaño pequeño como: gomas de borrar y aplicaciones en pinturas e impermeabilizantes.

## **CAPITULO 2 SISTEMAS CRIOGÉNICOS.**

### **2.1. TEMPERATURAS CRIOGÉNICAS.**

El término criogénico(a) se aplica a todos aquellos fenómenos, procesos, técnicas, propiedades o estados que se encuentran a una temperatura por debajo de los  $-243.7^{\circ}\text{F}$  ( $-153.1^{\circ}\text{C}$ )(19).

El rango de temperatura entre los  $-243.7^{\circ}\text{F}$  ( $-153.1^{\circ}\text{C}$ ) y  $32^{\circ}\text{F}$  ( $0^{\circ}\text{C}$ ) incluye a todos aquellos procesos de refrigeración.

Por lo tanto los gases licuados que se encuentran a una temperatura inferior a los  $-243.7^{\circ}\text{F}$  ( $-153.1^{\circ}\text{C}$ ) son considerados líquidos criogénicos.

### **2.2. ENFRIAMIENTO DE MATERIALES MEDIANTE SISTEMAS CRIOGÉNICOS.**

En un proceso criogénico el material plástico tiene que alcanzar temperaturas de descomposición térmica en frío, justo antes de que sean alimentados a un fragmentador. Esta operación va acompañada de un previo enfriamiento al que está sometido el material por un periodo de tiempo suficiente para lograr bajas temperaturas. Este ambiente criogénico puede lograrse en forma líquida, gaseosa, o líquido-gaseosa y la forma más simple y antigua de congelamiento fué la inmersión de un objeto dentro de un líquido criogénico como es el nitrógeno líquido, que en éste estado se encuentra a  $-196^{\circ}\text{C}$  ( $-320^{\circ}\text{F}$ ).(22,24)

Algunos de los métodos de congelamiento utilizados son:

#### **A. CONGELAMIENTO POR INMERSIÓN INTERMITENTE.**

Tanques contenedores del líquido criogénico fabricados en acero inoxidable o aluminio y aislados a base de espuma de poliuretano y estireno son utilizados por éste método de congelamiento.

Los objetos son descendidos dentro del contenedor de líquido por un periodo de tiempo suficiente para reducir la temperatura del objeto hasta su temperatura de descomposición en frío, entonces es extraído y fragmentado. El objeto puede ser mantenido dentro del baño criogénico hasta que cese toda la ebullición del líquido criogénico, momento en el cual el objeto habrá alcanzado la temperatura del líquido.

Este método requiere extrema precaución que debe considerarse debido a la ebullición que genera el líquido criogénico cuando es descendido por primera vez el objeto dentro del contenedor. El proceso de inmersión intermitente tiene aplicaciones limitadas que lo hacen extremadamente inseguro y con muy bajo rendimiento. Además el equipo de proceso está expuesto a condiciones de carga intermitente que reducen en general la eficiencia del proceso.(24,25)

## B. CONGELAMIENTO VÍA TÚNEL CRIOGÉNICO.

El más eficiente uso de un líquido criogénico es obtenido mediante el uso de un túnel de congelación en donde tanto la entalpia del líquido como la del vapor son utilizadas para el enfriamiento.

Debido a que el material a pulverizar se mueve a contracorriente a través del túnel, éste es inicialmente preenfriado por el vapor criogénico y en una sección próxima a la descarga del túnel el material es rociado por líquido criogénico como etapa final de enfriamiento.

El líquido criogénico cuando es rociado se vaporiza extrayendo calor del material, este vapor que está a una temperatura cercana a la del líquido se dirige hacia la alimentación de material en un extremo del túnel. La energía calorífica del material a temperatura ambiente es removida conforme el vapor fluye a contracorriente entre el material entrante. A medida que el material avanza se enfría hasta alcanzar la sección de congelamiento, de donde inmediatamente después es dirigido a un molino triturador para su fragmentación.

Un túnel de congelamiento típico es el que utiliza nitrógeno líquido como medio de enfriamiento, como se ilustra en la figura No. 2.1.

El material que entra al túnel del lado derecho tiene que ser uniformemente distribuido en una proporción controlada por el movimiento de un transportador. En caso de existir huecos o espacios vacíos de material durante la alimentación disminuirá la eficiencia de enfriamiento del sistema ya que la entalpia de la fase vapor no se está utilizando para el enfriamiento inicial.

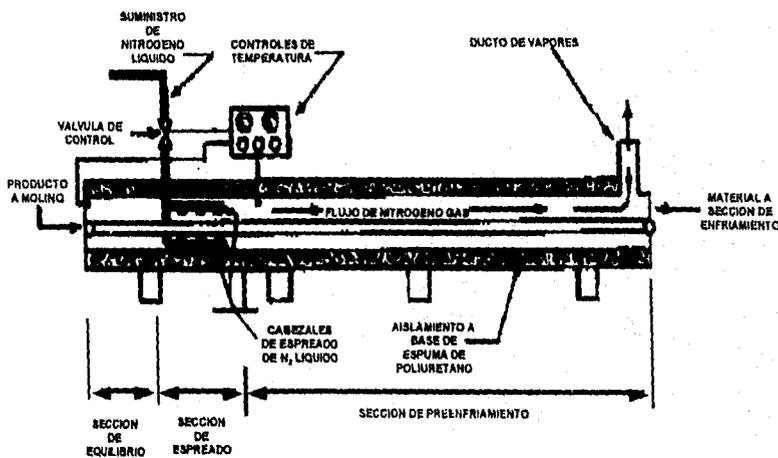


FIGURA 2.1. Sistema de enfriamiento a base de nitrógeno líquido.

A medida que el material avanza hacia el interior del túnel estará constantemente en un ambiente cada vez más frío. La temperatura del material es reducida hasta alcanzar la condición vítrea en la sección de rociado de nitrógeno líquido, operación que se logra a través de un cabezal de inyección de nitrógeno próximo a la descarga final del túnel.

El cambio de estado del nitrógeno líquido a la fase vapor permite remover 86 BTU de energía calorífica del material por cada libra de nitrógeno líquido consumida. Además la fase vapor del líquido remueve 0.25 BTU de energía calorífica del producto por cada 0.56°C (1°F) de cambio de temperatura.(24).

Los controles de temperatura y balance de gas son utilizados en este sistema para regular el flujo de nitrógeno líquido con el fin de prevenir un exceso de vapores fríos. La descarga excesiva de vapores fríos hacia la atmósfera genera un incremento en el costo de procesamiento.

La temperatura del material a la entrada del túnel tiene una gran influencia sobre el costo de operación del proceso, debido a que a una menor temperatura del material entrante, menor será el requerimiento de líquido criogénico.

Un sistema con características similares a éste método fué el que se utilizó para llevar a cabo los experimentos con muestras de PVC y mismo que se desarrolla a detalle en los capítulos posteriores.

### C. CONGELAMIENTO CON AIRE FRÍO.

Mediante este método una unidad de enfriamiento produce aire refrigerado a una temperatura de  $-129^{\circ}\text{C}$  ( $-200^{\circ}\text{F}$ ) a través de un sistema de turbo-expansión. El aire frío es circulado hacia un túnel de enfriamiento, cuya construcción es similar a la del sistema de túnel criogénico, Figura 2.2. Esta unidad de enfriamiento forma parte de un sistema cerrado (el aire saliente del sistema de congelamiento es retornado a la primera etapa del compresor del sistema de refrigeración). Una pequeña cantidad de aire de repuesto tiene que ser adicionada al sistema para compensar el aire perdido en el túnel de enfriamiento.

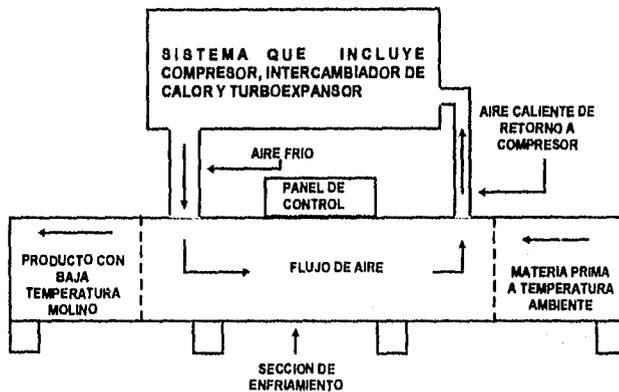


FIGURA 2.2. Sistema de enfriamiento a base de aire.

Actualmente no hay sistemas de enfriamiento manufacturados comercialmente y fabricados específicamente para la industria del reciclado de desecho. Sin embargo los túneles de congelamiento existentes han sido adaptados a estas necesidades, aunque generalmente estos túneles tienen capacidad limitada (22).

Los equipos utilizados por este método son fabricados en acero inoxidable para las superficies internas que tienen contacto directo con el medio criogénico, en tanto las superficies externas son de fabricación a base de acero al carbón.

El material a temperatura ambiente ingresa al sistema por el extremo derecho, hace su recorrido a lo largo del túnel por medio de un transportador, hasta salir al extremo izquierdo donde bajo condiciones de baja temperatura pasa a la etapa de fragmentación o pulverizado. El flujo de aire frío y a contracorriente permite ganar el calor que posee el material y una vez caliente retorna al sistema de refrigeración.

El medio ambiente criogénico del sistema puede ser provisto inclusive por nitrógeno ó por bióxido de carbono, elementos que hacen el proceso económicamente menos factible.

## **2.3. MÉTODOS DE REDUCCIÓN DE MATERIALES.(19,20,24,25)**

Los siguientes métodos de reducción de tamaño de partículas, aplican en combinación previa o posterior con cualquiera de los métodos de enfriamiento antes descritos.

### **A. ATRICIÓN O FROTAMIENTO.**

El método de atrición utiliza navajas de adelgazamiento de material para cortar pequeños trozos tales como: hule y algunos termoplásticos. El producto de éste proceso es una mezcla de material en forma de polvo y pequeñas astillas.

Las plantas de recubrimiento de llantas utilizan este método para preparar revestimientos en las mismas. Las aplicaciones del método de atrición están muy limitadas sobre todo para procesos criogénicos.

### **B. CIZALLAMIENTO.**

La reducción en el tamaño de partículas por medio de éste método es efectuada mediante el paso de material entre dos navajas adyacentes por entre las cuales el material es reducido.

En procesos continuos el cizallamiento más comúnmente utilizado es el de tipo rotatorio, debido a que tiene un mayor rendimiento que el tipo guillotina y de tijera. Estos dos últimos no son utilizados en procesos criogénicos, sin embargo son utilizados en etapas previas al congelamiento de los materiales para reducir los pedazos de materia prima si es que son grandes.

En recientes años el principio de cizallamiento rotatorio ha sido aplicado a la maquinaria diseñada para el proceso de materiales tales como: Desperdicios de llantas y desperdicios sólidos. La maquinaria de este tipo es capaz de reducir materiales poliméricos a tamaños de partículas de aproximadamente 6.5 mm (1/4 in.). Si se requiere de un menor tamaño es necesaria una o varias etapas más, haciendo el proceso multietapas según las necesidades de tamaño final.

### **C. COMPRESIÓN.**

Es la forma más simple de reducción de partículas, los objetos quebradizos o frágiles son fragmentados al aplicarles una fuerza de compresión ejercida por el peso de una plancha. Este método de fragmentación ha sido aplicada en procesos criogénicos. El material congelado es colocado en una cámara, en tanto una plancha desciende dentro de la cámara para comprimir y fragmentar el material.

Las desventajas que presenta este método es que es ejecutado en forma intermitente, carece de un alto rendimiento y adicionalmente es difícil regular el tamaño de partícula del producto final.

#### **D. IMPACTACIÓN.**

Este método de reducción de materiales fué el que se utilizó en el proceso de pulverizado de PVC en conjunto con el congelamiento vía túnel criogénico.

Una vez que los materiales alcanzan su temperatura vítrea durante el enfriamiento, son removidos del medio criogénico para ser fragmentados. Estos por lo tanto están sujetos a una fuerza de impacto.

Los molinos de martillos son máquinas que operan bajo este principio y han sido utilizadas por mucho tiempo para pulverizar piedras calizas, rocas, arcillas y carbón. Otros molinos de martillos más pequeños, también son utilizados para pulverizar condimentos, especias, pigmentos, granos, cereales y obtener tamaños de partículas muy finas.

Con estos equipos de proceso es posible pulverizar también desechos de hule y mezclas de plásticos de recuperación. Los molinos de martillos tienen un alto rendimiento de producción y se les puede encontrar con capacidades desde 45 kg/hr (100 lb/hr) hasta 1600 Ton. métricas/hr. con requerimientos de potencia desde 1.5 kw (2HP) hasta 3000 kw (4000HP).(28)

Un molino de martillos que funciona bajo este principio fue el que se utilizó para llevar a cabo la etapa experimental de este estudio.

## 2.4 PROPIEDADES DE LOS LÍQUIDOS CRIOGÉNICOS Y LIMITANTES EN SU USO, (27,32).

La tabla 2.1 muestra algunas propiedades de los líquidos criogénicos más utilizados.

PROPIEDADES	ARGON	NITROGENO	CO2	HELIO	OXIGENO	HIDROGENO
PESO MOLECULAR	39.95	28.01	44.01	4.003	32	2.016
PUNTO DE EBULLICION (1 atm) °F	-302.6	-320.5	-109.3	-452.1	-297.3	-423
PUNTO DE CONGELACION (1 atm) °F	-308.9	-346	-69.9	-458	-361.8	-434.5
TEMPERATURA CRITICA °F	-188.4	-232.4	87.9	-450.3	-181.1	-369.8
PRESION CRITICA PSIA	705	493	1070	33.2	737	188
DENSIDAD DEL LIQUIDO (a la temperatura de ebullicion y 1 atm) lb/ft <sup>3</sup>	87.4	50.45	68.74	7.798	71.21	4.423
DENSIDAD DEL GAS (a 68°F y 1 atm.) lb/ft <sup>3</sup>	0.104	0.07273	0.115	0.01114	0.08309	0.005229
VOLUMEN ESPECIFICO (a 68°F y 1 atm.) ft <sup>3</sup> /lb	9.62	13.75	8.7	96.3	12.04	191.3
GRAVEDAD ESPECIFICA DEL GAS (a 68°F y 1 atm.) aire = 1	1.38	0.967	1.53	0.138	1.1	0.0696
GRAVEDAD ESPECIFICA DEL LIQUIDO (a la temperatura de ebullicion y 1 atm.)	1.4	0.808	1.1	0.125	1.14	0.071
CALOR LATENTE DE VAPORIZACION (BTU/lbmol)	2804	2369		34.9	2334	389
RELACION DE EXPANSION DE LIQUIDO A GAS	1 a 840	1 a 694		1 a 700	1 a 857	1 a 848

TABLA 2.1

### LIMITANTES EN SU USO. (23,24,26,27).

Las siguientes características fueron consideradas para la selección del líquido criogénico adecuado para utilizarse como elemento de enfriamiento en el proceso de reciclado de materiales plásticos. Tomándose en cuenta aspectos como: riesgos a la salud y equipo (seguridad), factibilidad económica, disponibilidad del criógeno y propiedades físicoquímicas de cada uno de ellos.

CRIOGÉNO	TÓXICO	EXPLOSIVO	FLAMABLE	COSTOSO	REFRIGERACIÓN
AIRE		X			ALTA
ARGÓN	X			X	ALTA
NITRÓGENO	X				ALTA
CO <sub>2</sub> (Dióxido de carbono)	X				BAJA
HELIO	X			X	ALTA
OXÍGENO	X	X			ALTA
HIDRÓGENO	X	X	X	X	ALTA

#### a). TOXICIDAD:

Todos los líquidos señalados en la tabla 2.2. excepto el aire son considerados asfixiantes simples debido a las siguientes razones:

**OXÍGENO:** La prolongada inhalación de vapores de O<sub>2</sub> líquido podría desarrollar afecciones respiratorias como tos y dolor de pecho si el tiempo de exposición oscila entre las 8 y 24 horas, si la exposición es superior a este tiempo se pueden presentar manifestaciones en el sistema nervioso central reflejados en mareos, contracciones, coordinación deteriorada e inclusive ataques epilépticos. (19,20,26,27)

**ARGÓN, NITRÓGENO, CO<sub>2</sub>, HELIO E HIDRÓGENO:** Debido a la gran relación de expansión que presentan estos elementos en estado líquido excepto el CO<sub>2</sub>, un pequeño volumen de ellos puede vaporizarse y diluir la concentración de oxígeno en el aire, alcanzando valores límite por debajo de los permisibles. Si esta condición se presenta las reacciones en el cuerpo humano pueden ir desde pulso acelerado, inconsciencia y muerte si la concentración es inferior al 8 %. (19,21)

#### b). EXPLOSIVIDAD:

**AIRE LÍQUIDO:** La mezcla criogénica más comúnmente conocida es el aire, que normalmente es considerado una mezcla ternaria compuesta por oxígeno, nitrógeno y argón.

Esta mezcla gaseosa cuando es enfriada a aproximadamente 82°K (-191°C) a la presión atmosférica y tomando en consideración los puntos de ebullición de los tres componentes,

comenzaran a aparecer las primeras gotas de líquido en el seno del gas, punto en el cual la composición del oxígeno es aproximadamente del 50%, a medida que el fluido continua enfriándose, el líquido se enriquecerá más en oxígeno. Esta característica es particularmente importante por razones de seguridad debido a que si utilizáramos este líquido con estas características para efecto de enfriamiento, el riesgo potencial por explosión sería muy probable. (19,22)

**OXÍGENO:** Reacciones violentas pueden generarse al combinarse el oxígeno con otros materiales o sustancias como: hidrocarburos, aluminio, nylon, hule natural, entre otros. La presencia del oxígeno en cualquier concentración acelerará y soportará reacciones de combustión, favoreciéndose esta reacción con la aplicación de menor energía cuando la concentración de oxígeno sea mayor.

**HIDRÓGENO:** Una atmósfera rica en hidrógeno siempre será un riesgo potencial y desencadenará una reacción violenta en presencia de una mínima fuente externa de energía.

#### **c). FLAMABILIDAD:**

**HIDRÓGENO:** El rango de flamabilidad de este elemento (4 - 74%) y la pequeña cantidad de energía que se requiere para encender mezclas de aire-hidrógeno lo hacen extremadamente peligroso en su manejo. Posibles fuentes de ignición como: chispas generadas por equipo eléctrico, cargas eléctricas estáticas, flamas abiertas o cualquier objeto caliente que exceda una temperatura de 482°C (900°F) pueden ocasionar graves problemas.(26,27).

#### **d). COSTO:**

**ARGÓN, HELIO E HIDRÓGENO:** Con base a los requerimientos de procesabilidad que involucra la obtención de estos productos en estado líquido, resulta incosteable la aplicación de ellos en el proceso de reciclado criogénico.

#### **e). REFRIGERACIÓN:**

Todos los elementos listados en la tabla 2.2. presentan puntos de ebullición que están dentro de los rangos criogénicos de temperatura, excepto el bióxido de carbono, por lo que no es factible de aplicación para el proceso de molienda.

De todo este análisis se concluye que el nitrógeno líquido presenta mayor viabilidad para el uso en el proceso de reciclado criogénico.

Es importante mencionar que existen dos riesgos potenciales más en el manejo de líquidos criogénicos que aplican a todos ellos:

1). Debido a que el líquido y el vapor en equilibrio se encuentran a temperaturas extremadamente bajas, pueden en un tiempo corto provocar quemaduras en el tejido humano, inclusive de tercer grado. Además pueden fragilizar materiales como: acero al carbón, plásticos, hules que bajo cualquier esfuerzo pueden fracturarse.

2). Todos los líquidos criogénicos producen grandes volúmenes de gas cuando son vaporizados, si este fenómeno se efectúa en un recipiente cerrado, las presiones generadas podrían provocar ruptura del recipiente. Por esta razón todos los contenedores de líquidos criogénicos son protegidos con dispositivos de relevo de presión. (24,25).

## **CAPITULO 3 RECICLADO POR MOLIENDA CRIOGÉNICA**

### **3.1. DESCRIPCIÓN GENERAL DEL PROCESO.**

El proceso de reciclado criogénico figura 3.1. (diagrama de bloques), utiliza la técnica de refrigeración con nitrógeno líquido (NL) a  $-196^{\circ}\text{C}$  ( $-320.8^{\circ}\text{F}$ ), para fragilizar materiales elásticos y sensibles al calor y a través de la molienda reducirlos a partículas de tamaño promedio de 150 micras. Este proceso permite obtener tamaños de partículas uniformes e ideales para una posterior pelletización y mejor incorporación de aditivos en procesos de reciclado, características que no son obtenidas en los sistemas convencionales de molienda. La figura 3.2. muestra el diagrama de flujo de proceso de la molienda criogénica, mismo que se describe a continuación.

En éste proceso el NL tiene dos funciones básicas:

- 1.- Enfriar los materiales uniformemente por debajo de su temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ). Operación realizada en el transportador helicoidal.
- 2.- Controlar el calor generado durante la molienda para mantener a los materiales por debajo de su temperatura vítrea. Operación realizada en el molino pulverizador.

#### **LA MATERIA PRIMA:**

El proceso de molienda criogénica requiere de partículas de materia prima de diámetro aproximado a  $3/8$  de pulgada o menor (equivalente a 10 mm). Debido a que esto favorecerá la penetración de nitrógeno líquido en el interior del polímero haciendo de esta manera más eficiente la etapa de enfriamiento. Para ello es necesario acondicionar la materia prima de la siguiente forma:

#### **Reducción del tamaño de la materia prima, según su presentación:**

- a) Para materiales con tamaños mayores o iguales a 6 pulgadas ó 15 cm. o con un área de  $25 \text{ plg}^2$ , el proceso se inicia con el corte de éstos en la guillotina hidráulica (GH-1), los que posteriormente se envían a un granulador (G-2) para reducir su tamaño al requerido por el transportador helicoidal ( $3/8$  de pulgada o menor).
- b) En aquellos materiales que presentan dimensiones menores o iguales a 6 pulgadas ó 15 cms., el proceso se inicia directamente en el granulador (G-2), para posteriormente enviarse al transportador helicoidal (TH-3).
- c) Para los materiales con dimensiones menores o iguales a  $3/8$  de pulgada, el proceso inicia directamente en el transportador helicoidal (TH-3).

Las características físicas del PVC reciclado fueron las siguientes:

**PVC Película flexible:** Granulado con un espesor de 1/16 de pulgada (0.158 cm.) y con un área promedio de 0.0625 plg<sup>2</sup> (0.403 cm<sup>2</sup>).

**PVC-Pellets:** Pequeñas hojuelas con un diámetro de aproximadamente de 3/8 de pulgada (0.952 cm.) y espesor de 1/8 de pulgada (0.317 cm).

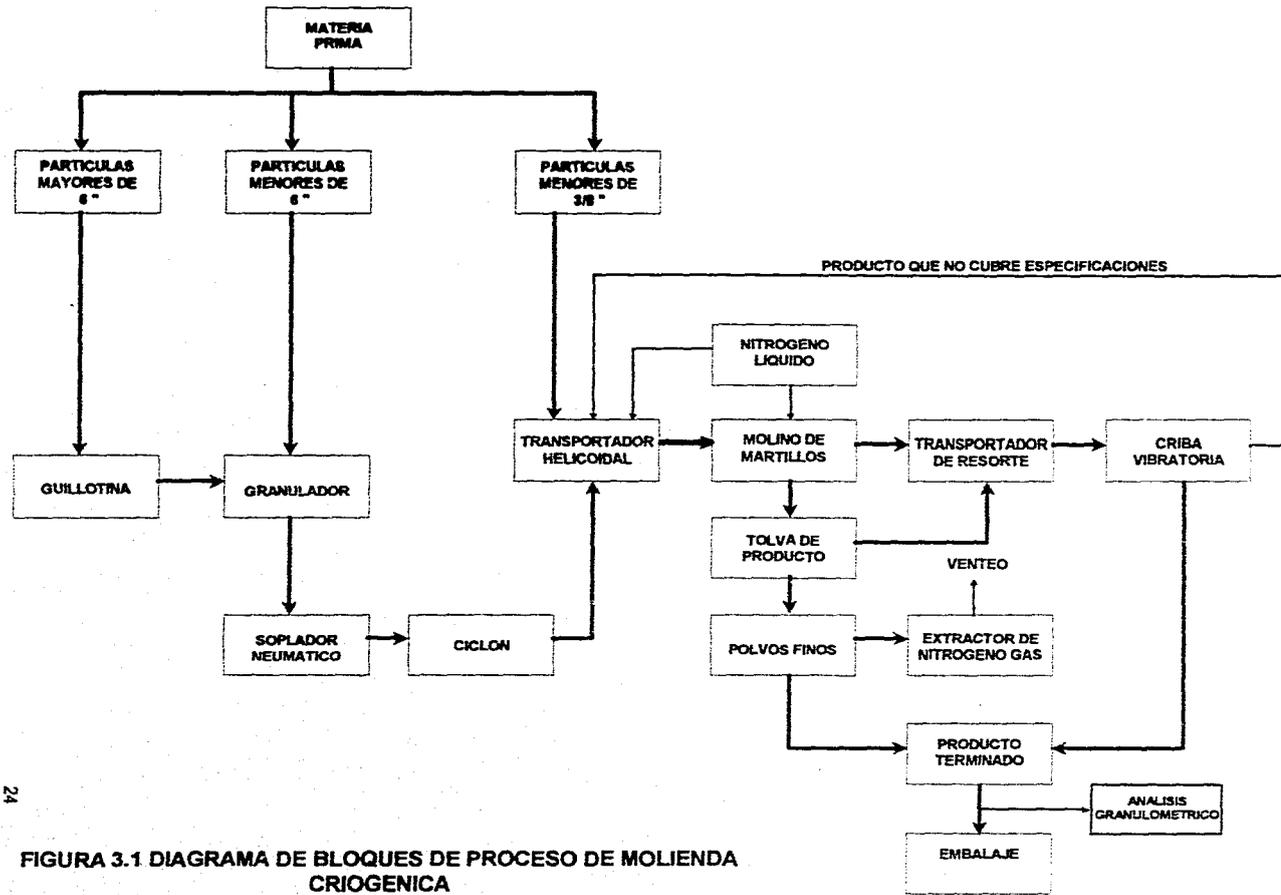
De acuerdo a lo anteriormente mencionado el PVC en las dos presentaciones pellets y flexible, fue directamente alimentado a la tolva del transportador helicoidal.

Una vez acondicionado el tamaño de la materia prima, la etapa siguiente es cargar la tolva (T-1) de alimentación del transportador helicoidal, para iniciar el proceso de pre-enfriamiento y enfriamiento con nitrógeno líquido y gas a medida que este se introduzca al transportador.

El nitrógeno líquido removerá todo el calor del material a procesar antes de que éste entre al molino. El nitrógeno gaseoso que se forma, ayuda a preenfriar el material que esta ingresando al transportador. El material al avanzar lentamente a lo largo del transportador disminuye su temperatura alcanzando condiciones vítreas que lo hacen frágil ante cualquier impacto, bajo estas condiciones será fácilmente pulverizado en el molino de martillos. Un termopar y un controlador de temperatura son utilizados para controlar y monitorear la temperatura en la parte final del transportador helicoidal (TH-3). Al salir del transportador el material es alimentado por gravedad al molino de martillos (MM-4) para ser pulverizado. Durante esta etapa del proceso también se inyecta al molino nitrógeno líquido adicional para remover el calor generado por las fuerzas de impacto de los martillos sobre el material y por la fricción entre las mismas partículas. De lo contrario, la transferencia de calor se incrementará hacia otras partículas generando un incremento de temperatura en el interior del molino y evitando la fractura del material.

Una vez pulverizado el material, sale del molino de martillos a través de las aberturas del tamiz de descarga, el cual se encuentra colocado en la parte inferior del rotor de martillos. Conforme el material cae en la tolva de descarga de producto (TP-2), es transportado hacia la criba vibratoria (CB-1) por un transportador de resorte (TR-5), que lo depositará en el interior de la criba para seleccionar de acuerdo al tamaño de partícula deseado. De esta manera las partículas de mayor tamaño que no cumplen con las especificaciones requeridas son retornadas al transportador helicoidal para su repulverizado, en tanto que el producto terminado con el tamaño de partícula especificado es directamente embolsado para su posterior análisis granulométrico.

Los polvos finos de material pulverizado que se generan en el interior del molino son arrastrados por el nitrógeno gasificado y llevados hacia el colector de polvos finos (CF-8) exclusivo para este fin. Estos polvos son cuantificados como producto terminado al final de la prueba. El nitrógeno gasificado durante el proceso es extraído del proceso por el extractor de nitrógeno gas (EG-9) para evitar la acumulación de éste en el interior del área de operación, ya que el nitrógeno gaseoso podría ocasionar condiciones de riesgo por ser un asfixiante simple. (ver aspectos de seguridad del nitrógeno, capítulo 2).



24

FIGURA 3.1 DIAGRAMA DE BLOQUES DE PROCESO DE MOLIENDA CRIOGENICA

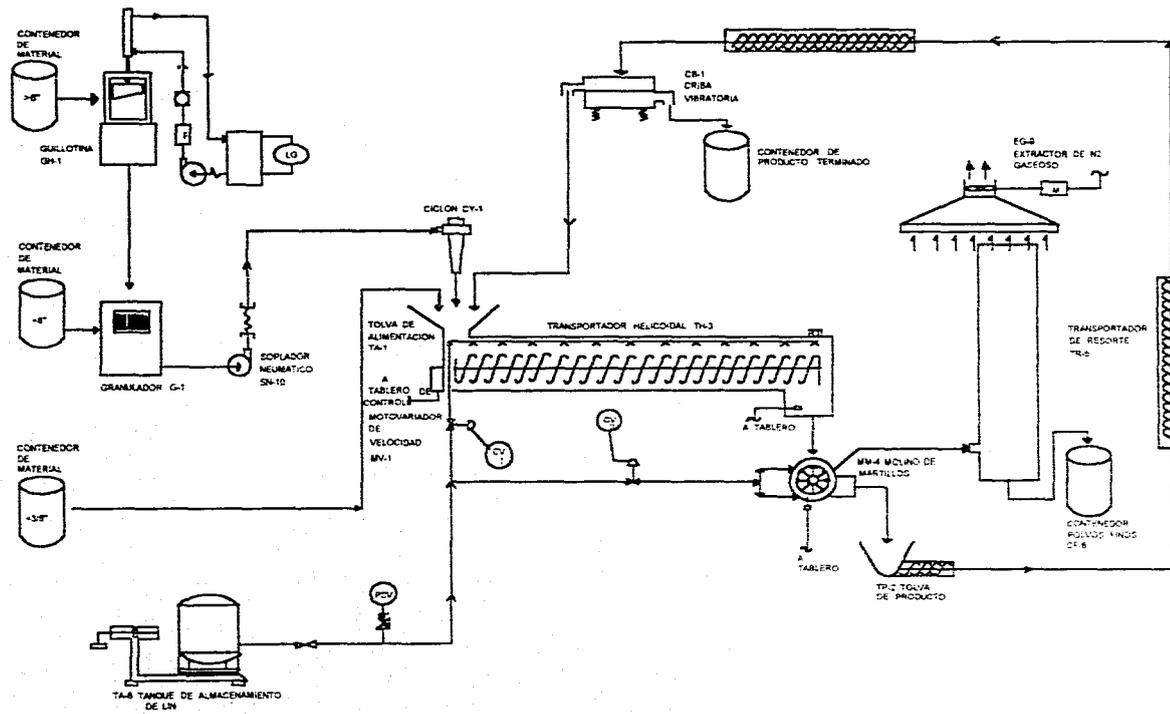


Figura 3.2 DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO DE MOLIENDA CRIGENICA

## LISTA DE EQUIPOS

<b>GUILLOTINA DE NAVAJA</b>	<b>GH-1</b>
<b>GRANULADOR</b>	<b>G-1</b>
<b>SOPLADOR NEUMÁTICO</b>	<b>SN-10</b>
<b>CICLON</b>	<b>CY-1</b>
<b>TOLVA DE ALIMENTACION</b>	<b>TA-1</b>
<b>TRANSPORTADOR HELICOIDAL</b>	<b>TH-3</b>
<b>MOLINO DE MARTILLOS</b>	<b>MM-4</b>
<b>TOLVA DE PRODUCTO</b>	<b>TP-2</b>
<b>TRANSPORTADOR DE RESORTE</b>	<b>TR-5</b>
<b>CRIBA VIBRATORIA</b>	<b>CB-1</b>
<b>TABLERO DE CONTROL</b>	<b>TC-7</b>
<b>TANQUE DE ALMACENAMIENTO</b>	<b>TA-6</b>
<b>EXTRACTOR DE NITROGENO GAS</b>	<b>EG-9</b>
<b>CONTENEDOR DE POLVOS FINOS</b>	<b>CF-8</b>

## 3.2. DESCRIPCIÓN DE EQUIPOS PRINCIPALES.

### TRANSPORTADOR HELICOIDAL TH-3.

El transportador helicoidal figura 3.3 está constituido por una túnel de pared doble de acero inoxidable, el espacio entre las paredes contiene una capa aislante de espuma de poliuretano de aproximadamente 3 pulgadas de espesor (7.62 cm.) cuya finalidad es mantener una temperatura criogénica en el interior del transportador y evitar pérdidas de calor innecesarias, las cuales reducirían la eficiencia de enfriamiento del proceso.

El túnel cuenta con una puerta lateral abatible del mismo material, que permite realizar maniobras de mantenimiento y limpieza al transportador, esta puerta cuenta con ganchos de sujeción a los extremos que permiten sujetarla firmemente a la parte exterior del túnel, cuenta también con un empaque de material a base de teflón y fibras sintéticas que le proporcionan un cierre hermético. En el interior del túnel de enfriamiento, se localiza el tornillo helicoidal constituido por una flecha central con sus aspas helicoidales que permiten trasladar el material hacia adelante, en su extremo frontal cuenta con una hélice que ayuda a proporcionarle una buena distribución y dosificación de material de alimentación al molino de martillos; dentro del interior del túnel se encuentra el cabezal de aspersión de nitrógeno líquido colocado en la parte superior, y cuya función es rociar de líquido al material a medida que éste avanza en su trayectoria hacia el molino.

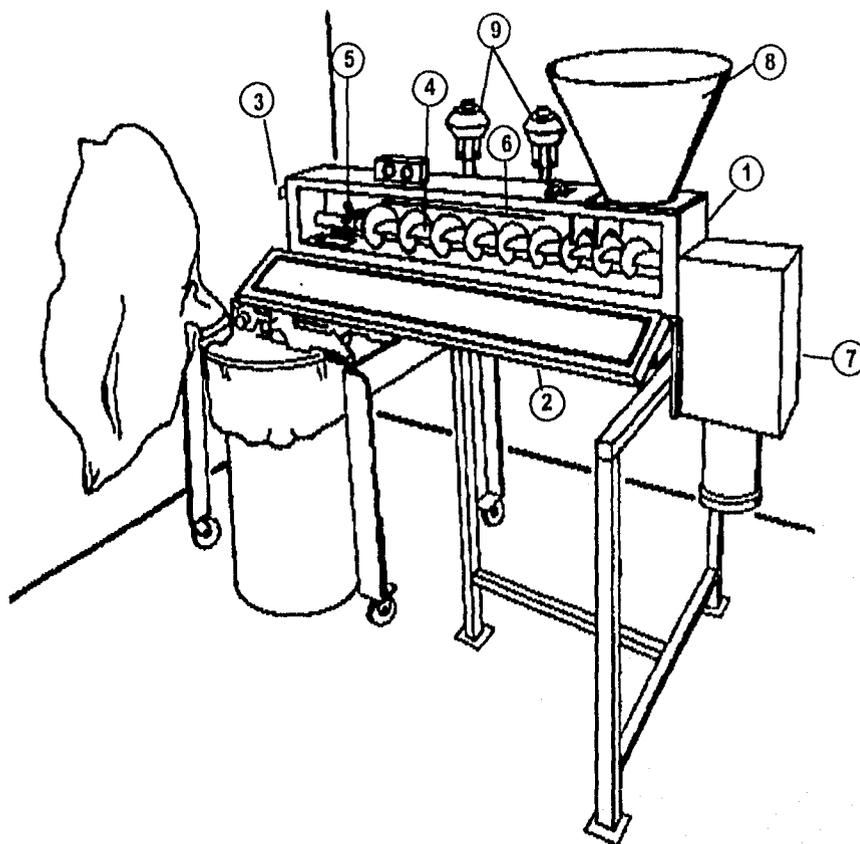
El tornillo helicoidal está acoplado mediante un conjunto de pasadores a las flechas sólidas localizadas en los extremos del túnel y las cuales están soportadas por rodamientos, uno de estos se localiza en el lado libre del transportador, mientras en el otro extremo se encuentra acoplado el elemento de transmisión a base de un reductor de engranes, cadena y estrellas. La fuerza motriz de este sistema es proporcionada por un motor de velocidad variable acoplado al reductor de engranes.

En el extremo superior derecho se localiza la tolva de alimentación T-1 que se encuentra unida al cuerpo del transportador y cuya capacidad es de 7 ft<sup>3</sup> (0.20m<sup>3</sup>). Finalmente en la parte externa y superior se encuentran las válvulas que regulan el flujo de nitrógeno al transportador y al molino.

Debido a la funciones que realiza el transportador en el proceso de molienda, todos los componentes anteriormente mencionados están fabricados a base de acero inoxidable T-304, cuyas características de alta ductibilidad y resistencia a los impactos en rangos de temperatura de -184 a -254 °C lo hacen aplicable a estas condiciones.

#### Características generales del equipo:

Rango de velocidad:	0-34 rpm
Peso del transportador	320 Kg (705 lb)
Requerimiento de potencia	0.75 Hp
Voltaje	120 Volts
Amperaje	15 Amp.
Eficiencia de aislamiento	97 %



1. Túnel de pared doble.  
 2. Puerta abatible.  
 3. Ganchos de sujeción.  
 4. Tornillo helicoidal.  
 5. Hélice.

6. Cabezal de aspersión de nitrógeno líquido.  
 7. Motor y mecanismo de transmisión.  
 8. Toiva de alimentación.  
 9. Válvulas de alimentación de nitrógeno líquido.

Figura 3.3. Transportador helicoidal.

#### **MOLINO PULVERIZADOR MM-4.**

Numerosos tipos de molinos para reducción de tamaños de partículas son disponibles para el procesamiento de materiales plásticos, hules, metales, sustancias comestibles, químicos, etc. Pero en cada uno de ellos se obtendrán diferentes características en forma y tamaño de las partículas finales. Estas características dependen de variables como:

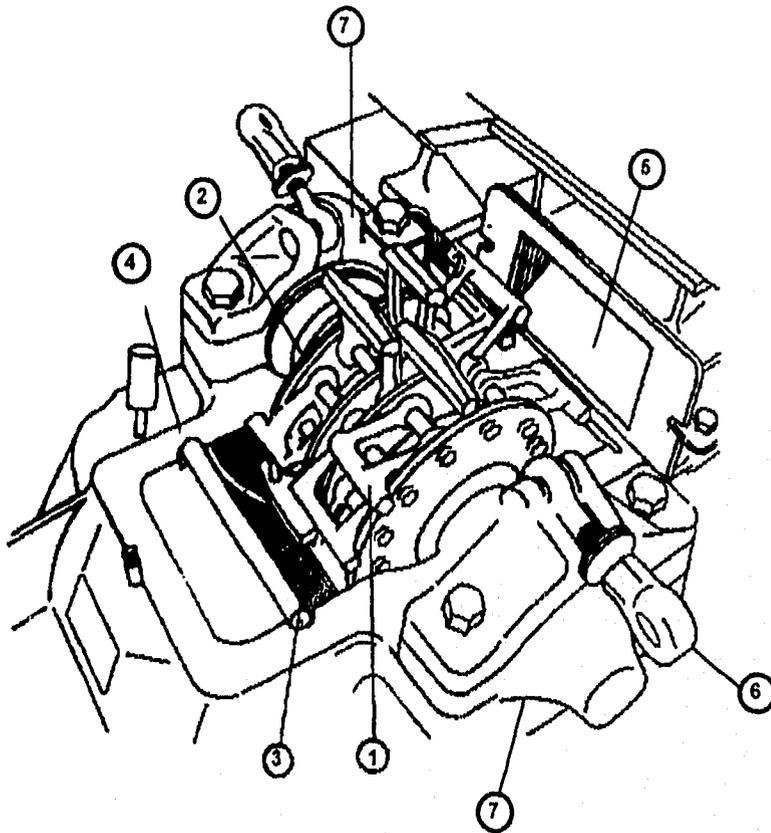
- \* Tamaño y forma de las ranuras del tamiz.
- \* Forma y peso de los martillos.
- \* Velocidad del rotor de martillos.
- \* Forma de la pantalla de impacto.

De estas variables, la primera de ellas fue la única que para efectos experimentales se cambio, obteniéndose como fue dicho anteriormente diferentes tamaños de partículas. Las 3 variables posteriores permanecieron constantes.

Para llevar a cabo la reducción de partículas existen cuatro métodos mecánicos para realizarlo: atrición, cizallamiento, compresión e impactación (descritos en capítulo 2). En nuestro caso se ha utilizado el método de impactación por medio del uso de un molino de martillos cuyo principio de operación está basado en la aplicación de una fuerza de impacto sobre las partículas de material que previamente han recibido tratamiento criogénico y que bajo estas condiciones podrán fácilmente fragmentarse.

El molino de martillos, figura 3.4. utilizado en la pruebas de reciclado criogénico de PVC tiene las siguientes características:

Tipo de martillos	Cilíndricos
Tipo de rotor	Disco
Velocidad Máxima del rotor	6500 rpm.
Fabricación	Acero inoxidable.
Potencia del motor	20 HP
Voltaje	440 Volts/3 F/60 Hz.
Amperaje	26 Amps.
Capacidad de producción	250 kg/hr.
Peso	645 Kg (1420 Lbs).



- |                                 |                                      |
|---------------------------------|--------------------------------------|
| 1. Martillos cilíndricos.       | 5. Alimentación de materia prima.    |
| 2. Rotor de disco.              | 6. Tornillos de sujeción de la tapa. |
| 3. Tamiz.                       | 7. Rodamientos.                      |
| 4. Barra de sujeción del tamiz. |                                      |

**Figura 3.4. Molino de martillos utilizado en los experimentos de reciclado de PVC.**

En años recientes una gran cantidad de molinos de martillos han sido fabricados para esta aplicación, aunque no precisamente en aplicaciones criogénicas, para ello han sido adaptados y fabricados en materiales como acero inoxidable que permitan soportar temperaturas tan bajas y fuerzas de impacto bastante grandes. Estos equipos se encuentran disponibles para rangos de producción desde 45 kg/hr (100 lb/hr) hasta 1600 ton. métricas/hr (1800 tons/ hr). y con requerimientos de potencia desde 1.5 kw (2 HP) hasta 3000 kw (4000 HP).

Un elemento común en todos los molinos de martillos es el rotor balanceado el cual puede girar en rangos de velocidad desde 500 hasta 10,000 rpm durante la operación. La figura 3.5. ilustra tres tipos de rotores para uso con martillos móviles. Sobre la flecha central del rotor se montan los discos que soportaran los martillos móviles, las figuras 3.5. a, b y c muestran respectivamente un rotor de discos, un rotor de platos y un rotor de estrellas.

La aplicación que tenga cada uno de ellos dependerá de las necesidades específicas del proceso de pulverizado.

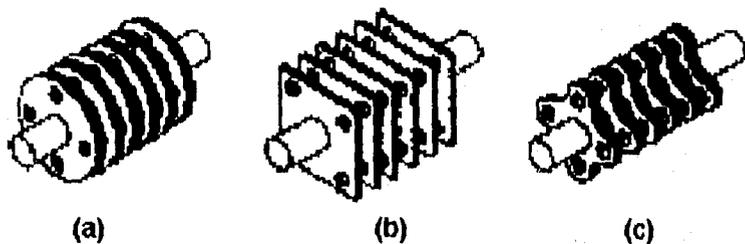
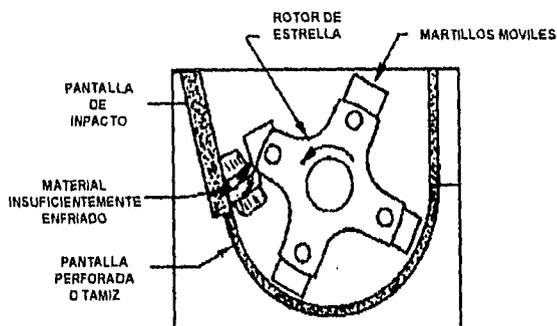


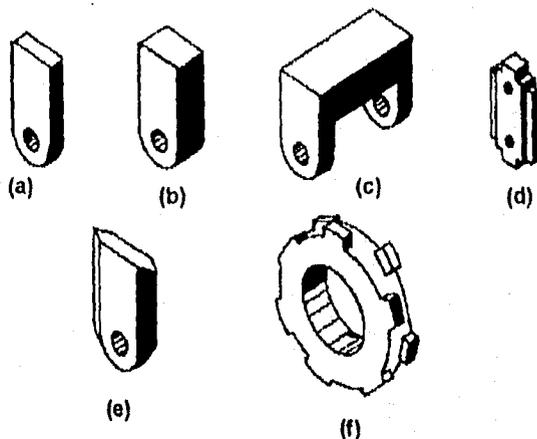
Figura 3.5. Tipo de rotores para molino de martillos.

Dos o más hileras de martillos se sujetan a las perforaciones que tienen los rotores. El rotor de disco circular es más recomendado para los procesos criogénicos debido a que es menos susceptible a dañarse, como lo serían los otros dos tipos de rotores los cuales sufren desgastes en las crestas por el efecto del roce con el material, inclusive un esfuerzo interno mayor ocasionaría severos daños tales como: doblamiento de la flecha central, ruptura de rodamientos e inclusive del armazón, figura 3.6.



**Figura 3.6. Los molinos de martillos con rotors de estrella y platos sufren severos daños en el proceso criogénico.**

Existen varios tipos de martillos utilizados en los molinos para la fragmentación de materiales, la figura 3.7. muestra diferentes tipos de martillos oscilantes.



**Figura 3.7. Tipos de martillos oscilantes disponibles para molinos.**

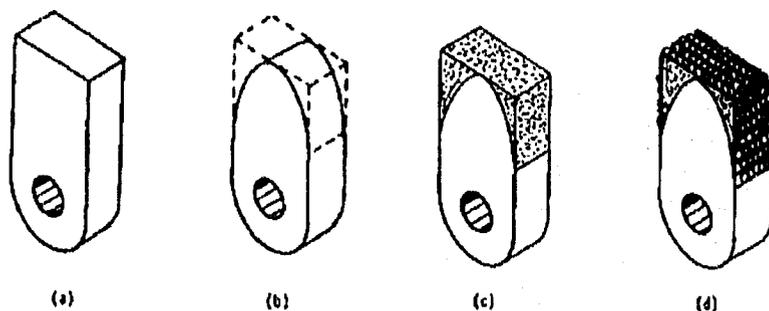
Los martillos de tipo rígido están también disponibles para ciertos rotores; sin embargo, estos no son recomendables para aplicaciones criogénicas. Los martillos de tipo cilíndrico y con la parte superior en forma rectangular son los más utilizados en los procesos de molienda criogénica. (Letras a, b y c de la figura 3.7.), estos tres tipos son similares siendo su principal distinción el ancho de sus caras. Estos martillos tienen superficies o caras de contacto que van desde los 3.1 mm hasta los 25 mm (1/8 a 1 pulgada). Los martillos de anillo, como lo muestra la letra d de la misma figura son raramente utilizados en procesos

criogénicos, debido a que son menos eficientes que los anteriores, estos normalmente se utilizan para pulverizar materiales como carbón y arena.

El intervalo de peso de los martillos oscila entre 85 g (0.19 lb) y 341 kg (750 lb) cada uno. El peso individual de los martillos tiene que ser considerado cuando estos son instalados en el rotor, con la finalidad de asegurar un balance perfecto en el rotor. (26,27)

Debido a que los martillos están constantemente sujetos a impactos y a la abrasión durante la operación, sus caras progresivamente van desgastándose hasta el punto de perder su efectividad y bajar el rendimiento de pulverizado. Para ello es recomendable girar el martillo hacia la cara que no esta desgastada, remover el martillo para reconstruirlo o bien cambiarlo por uno nuevo.

La reconstrucción de un martillo se realiza desgastando primeramente las partes dañadas, haciendo que sus esquinas queden redondas como lo muestra la figura 3.8. posteriormente se suelda un revestimiento de un metal duro al que se le aplica un posterior esmerilado. El tamaño y peso final del martillo reacondicionado tiene que ser estrictamente controlado para garantizar un balance correcto en el rotor. Una condición de desbalance en la masa del rotor provocaría vibraciones en el sistema, las cuales con el tiempo dañarían los rodamientos del equipo.



**Figura 3.8. Reacondicionamiento típico de un martillo móvil utilizado en un molino de martillos.**

### EFECTO DE LA VELOCIDAD DEL ROTOR SOBRE EL TAMAÑO DE PARTÍCULA.

El control en el tamaño de producto que descarga el molino de martillos se realiza utilizando una pantalla metálica perforada o tamiz de acero inoxidable localizada en la parte inferior del molino. Las pantallas pueden ser de dos tipos: en forma de barras de parrilla alargadas y de agujeros redondos con angostas perforaciones que permiten el paso a través de ellas para producir un tamaño pequeño de partícula, figura 3.9.

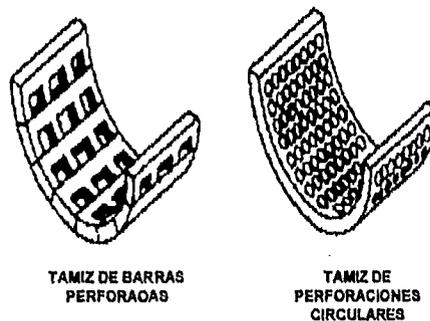


Figura 3.9. Tipos de tamices o pantallas perforadas.

Es importante considerar que el tamaño de la partícula también depende de la velocidad del rotor, la figura 3.10. muestra la relación entre la velocidad proporcionada a las partículas y el tamaño de partícula obtenida. A altas velocidades las partículas fragmentadas tienden a aproximarse hacia la salida en una posición en ángulo agudo respecto al tamiz, permitiendo así únicamente el paso a las partículas más pequeñas. A velocidades menores las partículas se aproximan en un ángulo recto, esto permitirá que partículas de mayor tamaño pasen a través de la pantalla o tamiz.(24)

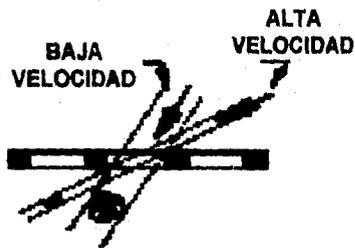


Figura 3.10. Efecto de la velocidad del rotor en el tamaño de partícula

## **PANTALLAS DE IMPACTO.**

Las pantallas de impacto en los molinos de martillos es un dispositivo mecánico, utilizado para llevar a cabo un pulverizado más efectivo del material. En los molinos de martillos éstos pueden ser utilizados en dos tipos, figura 3.11.

a). - De contacto superior.

b). - De contacto inferior.

El ensamble del rotor y la sección donde se localiza la pantalla perforada son idénticos para los dos tipos de molinos, no así la forma y localización de las pantallas de impacto.

En los molinos que presentan la pantalla de impacto superior, ésta se extiende desde la sección de la pantalla perforada hasta una posición cercana al tope del rotor. En este caso cuando el material entra al molino, es arrastrado por los martillos haciéndolo impactar un gran número de veces contra la pantalla de impacto antes de que éste logre pasar por la pantalla perforada o tamiz.

Si el tamaño de la partícula es menor al tamaño de las perforaciones del tamiz, la partícula dejará el molino y caerá hacia la tolva de producto. Caso contrario si el tamaño de la partícula es superior, nuevamente hará su recorrido para impactarse contra la pantalla reduciendo su tamaño y saliendo por el tamiz perforado. Consecuentemente este tipo de molinos produce un mayor porcentaje de polvos finos.

En los molinos con pantalla de contacto inferior, ésta se extiende sobre la sección vertical, en una posición arriba del tamiz, pero sobre el borde del molino y es normalmente utilizada en los procesos donde los materiales son muy voluminosos.

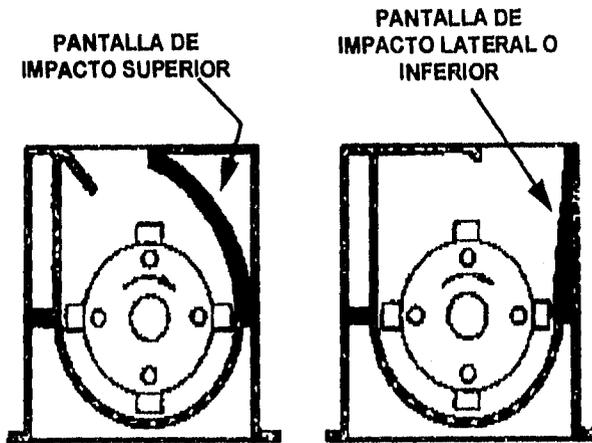


Figura 3.11. Tipos de pantallas de impacto para molinos de martillos.

El tipo de molino con arreglo de pantalla superior fué el utilizado para realizar los experimentos de reciclado de PVC. La figura 3.12. muestra la forma de la pantalla de impacto utilizada.

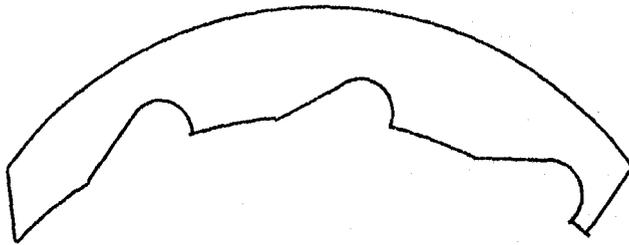


Figura 3.12. Forma de los surcos de la pantalla utilizada en el proceso criogénico.

### CONTROL DE POLVOS.

En su operación los molinos de martillos tiene un comportamiento similar al de un ventilador y consecuentemente generan un considerable flujo de aire a través de la sección

del tamiz o pantalla perforada, en este proceso de reciclado una gran cantidad de polvos finos son generados los cuales pueden perderse a la atmósfera sino se cuenta con un sistema colector de éstos. Para prevenir esta contaminación y sobre todo incrementar la eficiencia del proceso recuperando los polvos finos, se ha colocado en un extremo del molino una bolsa de lona sujeta a un recipiente para coleccionar dichos polvos. Estas partículas de muy bajo peso específico suelen ser también arrastradas por la gasificación continua del nitrógeno líquido figura 3.13.

- |   |                               |
|---|-------------------------------|
| 1. Tapa de molino pulverizador                          | 4. Bolsa de lona              |
| 2. Descarga de transportador                            | 5. Descarga de polvos finos   |
| 3. Abrazadera de sujeción de molino a tolva de producto | 6. Contenedor de polvos finos |
|   | 7. Tolva de producto          |

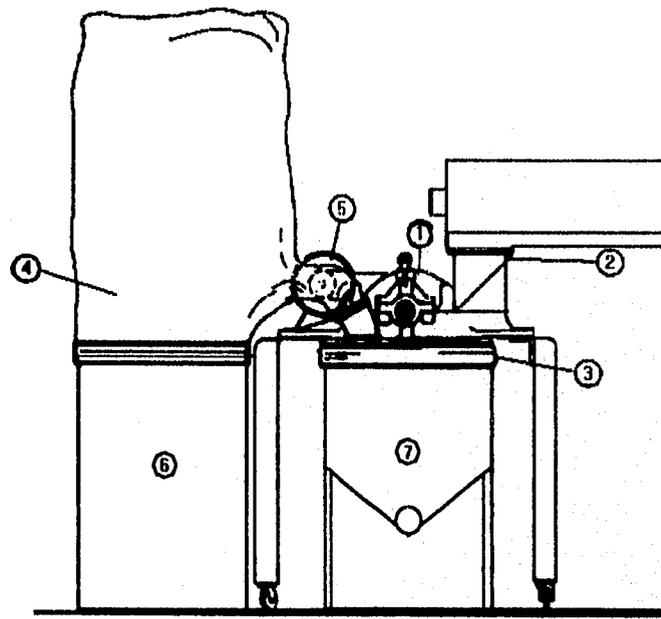


Figura 3.13. Dispositivo colector de polvos finos.

## **TABLERO DE CONTROL TC-7**

Se considera como parte de los equipos principales debido a la gran importancia que éste representa sobre el control en toda la operación del proceso. Mediante este equipo se logra arrancar, operar y parar los equipos principales de la planta de molienda criogénica. A continuación se describe brevemente cada uno de los componentes que lo conforman y su función, figura 3.14.

- 1.- Botonera que energiza/desenergiza la válvula VS-1 para permitir el paso o bloqueo de nitrógeno líquido proveniente del tanque de almacenamiento hacia el molino y transportador helicoidal.
- 2.- Botón de paro de emergencia. Este botón al presionarlo corta el suministro de corriente al circuito de control parando los motores del molino pulverizador y transportador helicoidal y además las válvulas de control de suministro de nitrógeno líquido a estos equipos se cierran.
- 3.- Estación de botones del motor del molino.
- 4.- Estación de botones del motor del transportador helicoidal.
- 5.- Control de velocidad del transportador. Con esta perilla (potenciómetro) se ajusta el voltaje suministrado al motor de velocidad variable del transportador. En el punto de voltaje "cero", el transportador no gira, si se gira gradualmente la perilla hasta alcanzar un valor de 10 el transportador alcanza su máxima velocidad.
- 6.- Controlador de temperatura del molino. Este controlador tiene un rango de operación de  $-184^{\circ}\text{C}$  ( $-300^{\circ}\text{F}$ ) a  $+149^{\circ}\text{C}$  ( $+300^{\circ}\text{F}$ ). El controlador supervisa la temperatura sensada por el termopar montado en la descarga del molino pulverizador.
- 7.- Controlador de temperatura del transportador. Este controlador tiene el mismo rango de operación que el anterior y de la misma forma supervisa la temperatura sensada por el termopar colocado en la descarga de la cámara de enfriamiento del transportador.
- 8.- Amperímetro/controlador. Este es un aparato de protección del molino. Dentro de su carátula se encuentran colocados dos indicadores para ajustar las protecciones por alto y bajo amperaje que demanda el motor, una tercer aguja indicadora sensa la variable de proceso.
- 9.- Voltímetro del motor del transportador helicoidal. Tiene una escala de 0 a 150 Volts de corriente directa, indica el voltaje que se está suministrando al motor, esto significa que la velocidad del transportador es directamente proporcional al voltaje suministrado.
- 10.- Switch selector ON/OFF. Este selector permite el paso de corriente al circuito de control.

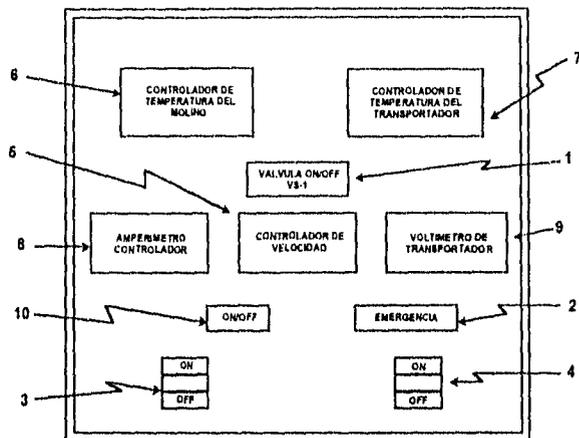


Figura 3.14. Tablero de control.

### TANQUE DE ALMACENAMIENTO DE NITRÓGENO LÍQUIDO TA-6.

Los tanques de almacenamiento de líquidos criogénicos, constan de dos tanques concéntricos, el primero de ellos el tanque interior fabricado en acero inoxidable contiene el líquido criogénico y el segundo tanque externo de acero al carbón contiene al tanque interior, existe una separación entre cada uno de los tanques conocido como espacio anular, en el cual se encuentra contenido material aislante altamente eficiente y con alto vacío inferior a los 50 micrones que evita que el líquido criogénico se evapore por la transmisión de calor del medio ambiente hacia el interior del tanque (24). El tanque cuenta con la instrumentación y dispositivos necesarios para una operación 100% automática, figura 3.15.

#### COMPONENTES.

- V-1 Válvula de suministro de líquido al proceso de molienda.
- V-2 Válvula de bloqueo de nitrógeno líquido al evaporador E-1.
- V-2-G Válvula de suministro de nitrógeno gas para instrumentos.
- V-4 Válvula de derivación para gas a instrumentos.
- V-5 Válvula de venteo de nitrógeno gas.
- V-6 Válvula de llenado del tanque por la parte superior.
- V-7 Válvula de llenado del tanque por la parte inferior (fondo).

- V-8 Válvula de control de evaporación de líquido para elevar presión.
- V-9 Válvula de derrame que indica el nivel máximo al que debe ser llenado el tanque y marca el 90% de la capacidad total del mismo.
- V-10 Válvula de derivación para el indicador de nivel.
- V-11 Válvula para efectuar vacío en el espacio anular.
- V-12 Válvula para medición de vacío en espacio anular
- V-13 Válvula de bloqueo de líquido a indicador de nivel.
- V-14 Válvula de bloqueo de gas a indicador de nivel.
- V-15 Válvula de purga de la manguera de llenado del tanque.
- C-1 Conexión de carga.
- R-1 Regulador de la línea de nitrógeno gas a instrumentos.
- R-2 Regulador de relevo de presión.
- R-3 Regulador para elevar presión en el tanque interior.
- R-A Regulador auxiliar de la línea de nitrógeno gas a instrumentos .
- E-1 Evaporador general de la línea de nitrógeno gas a instrumentos.
- E-2 Evaporador para elevar la presión del tanque.
- E-3 Evaporador auxiliar de la línea de nitrógeno gas a instrumentos .
- M-1 Manómetro indicador de la presión del tanque.
- M-2 Manómetro indicador de presión en la línea de suministro de nitrógeno gas a instrumentos.
- L Indicador de nivel.
- PSV-3 Válvulas de seguridad localizadas en la línea de nitrógeno gas.
- PSV-1 Válvula de seguridad para proteger la línea de suministro de nitrógeno líquido al proceso.
- FS Fusible de seguridad del espacio anular.
- VTV Válvula de tres vías.
- VS-1 Electroválvula de alimentación de nitrógeno líquido a equipos de proceso.
- DR-1 y DR-2 Discos de ruptura del tanque de almacenamiento.

**Características del tanque:**

Capacidad:	2500 Lts
Temperatura de operación:	-200 °C
Presión de operación	3.5 Kg/cm <sup>2</sup>
Aislamiento	Alto vacío
Material Tanque interior	Acero inoxidable 304
Material Tanque exterior	Acero al carbón

**SISTEMA DE SEGURIDAD DEL TANQUE DE ALMACENAMIENTO.(24,27)**

Todos los sistemas de seguridad del tanque criogénico operan automáticamente. Existen dos sistemas de protección del tanque interior y dos sistemas auxiliares para las líneas de consumo y elevación de presión, los cuales se describen a continuación.

**Sistema de protección del tanque.**

a) Las válvulas de seguridad (PSV-3) y discos de ruptura DR-1 y 2: Están instalados directamente a la fase gaseosa del tanque. Cuando la presión en el tanque interior se acerca al valor de calibración, la válvula que está en operación abrirá descargando a la atmósfera toda la presión excedente en forma de nitrógeno gaseoso y cerrará totalmente cuando la presión sea inferior al valor de calibración, el disco de ruptura abrirá a una mayor presión y solo en caso de que la válvula de seguridad no haya operado.

b) Tapón fusible de seguridad (FS): Está instalado en la parte superior del tanque exterior y se encuentra en equilibrio por la acción de la presión atmosférica y la presión de vacío del espacio anular. Este dispositivo está diseñado para liberarse cuando existe un desequilibrio entre las presiones atmosférica y la de vacío del espacio anular, el desequilibrio puede originarse en el caso de que el tanque interior presente una fuga ó exista pérdida de vacío en el espacio anular.

**Sistema auxiliar.**

a) La válvula de seguridad (PSV-1): Está diseñada para abrir automáticamente y aliviar la presión excedente que generaría el líquido criogénico que quedará confinado en la línea.

b) Válvula de venteo (V-5): Está instalada en la línea proveniente de la fase gaseosa del tanque interior, su operación es en forma manual, cuando se requiere reducir la presión del tanque interior.

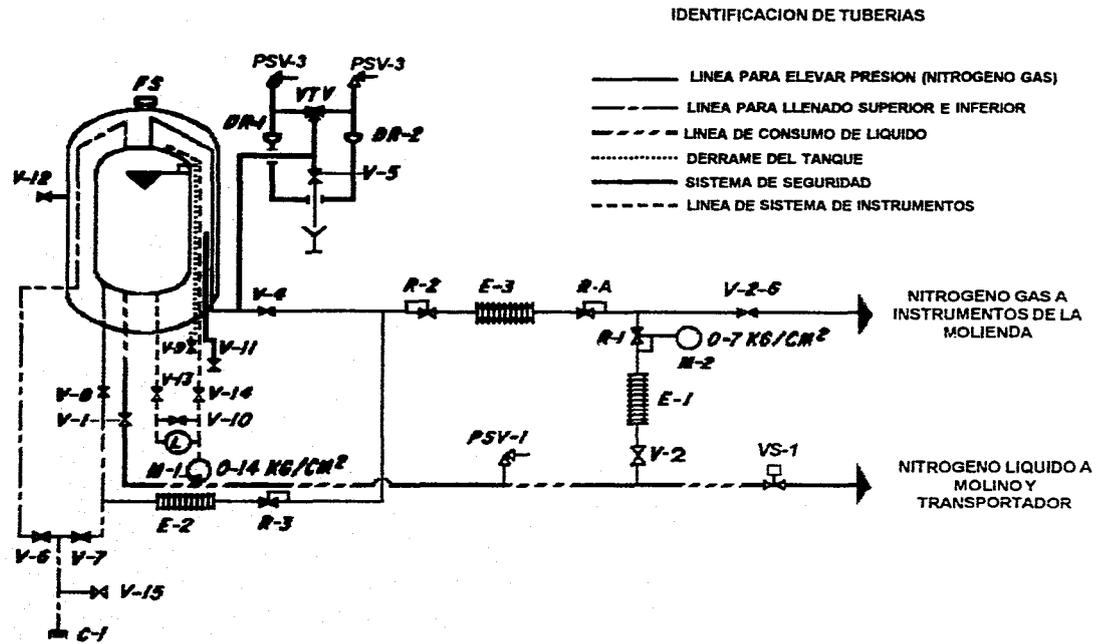


Figura 3.15 Diagrama de Flujo de tanque de almacenamiento del Nitrógeno líquido.

## **SISTEMA DE CONTROL Y PROTECCIÓN.**

El suministro de nitrógeno líquido al transportador helicoidal y al molino se realiza de una manera controlada y está en función de la temperatura vítrea requerida del polímero.

El sistema de control de suministro de nitrógeno líquido para los dos equipos consta de dos circuitos con los siguientes componentes cada uno de ellos, figura 3.16.

- a. Sensor de temperatura
- b. Controlador de temperatura.
- c. Transductor de señal eléctrica a señal neumática.
- d. Válvula de control de flujo de nitrógeno líquido

A continuación se describe la función general de los componentes antes mencionados:

### **a. Sensor de temperatura (termopar).**

La función de los termopares es sensar la temperatura en el transportador helicoidal y molino son del tipo "T", cobre-constantan, adecuados para operar en un rango de temperatura de  $-212$  a  $+204$  °C ( $-350$  a  $+400$ °F).

### **b. Controladores de temperatura.**

El controlador recibe la señal en milivolts del termopar, la procesa y produce una salida de corriente de 4 a 20 mA (miliamperes). La cual se envía al transductor que convierte la señal de corriente en señal neumática.

### **c. Transductor (convertidor) de señal eléctrica a señal neumática.**

Como ya se mencionó el transductor es un aparato que recibe señales eléctricas de 4 a 20 mA. del controlador de temperatura y las convierte a señales neumáticas de 3 a 15 lb/plg<sup>2</sup> que finalmente se envían a la válvula de control.

### **d. Válvulas de control de flujo de nitrógeno líquido.**

Las válvulas neumáticas de control de flujo son parte del control de temperatura y suministro regulado de nitrógeno líquido al proceso, para el molino y transportador. La cantidad de nitrógeno líquido a través de las válvulas está determinado por los requerimientos de enfriamiento (temperatura vítrea), de acuerdo al punto de ajuste (set point) en los controladores de temperatura.

Estas válvulas son accionadas a partir de una señal neumática regulada de 3 a 15 lb/plg<sup>2</sup> que sale de los transductores. Es decir cuando la señal es de 3 lb/plg<sup>2</sup> la válvula neumática cerrará y si es de 15 lb/plg<sup>2</sup> la válvula abrirá totalmente.

Obviamente, se pueden alcanzar posiciones intermedias en la válvula, dependiendo de las señales recibidas entre los 3 y 15 lb/plg<sup>2</sup>.

Dicho en otras palabras, si se tiene menor temperatura a la deseada en el molino ó transportador la señal del termopar será menor, el controlador hará la corrección necesaria para mandar una señal al transductor el cual reducirá la salida neumática para que finalmente la válvula cierre en la proporción requerida. Si se requiere menor temperatura en el molino ó transportador se repiten las acciones en forma inversa para que las válvulas abran.

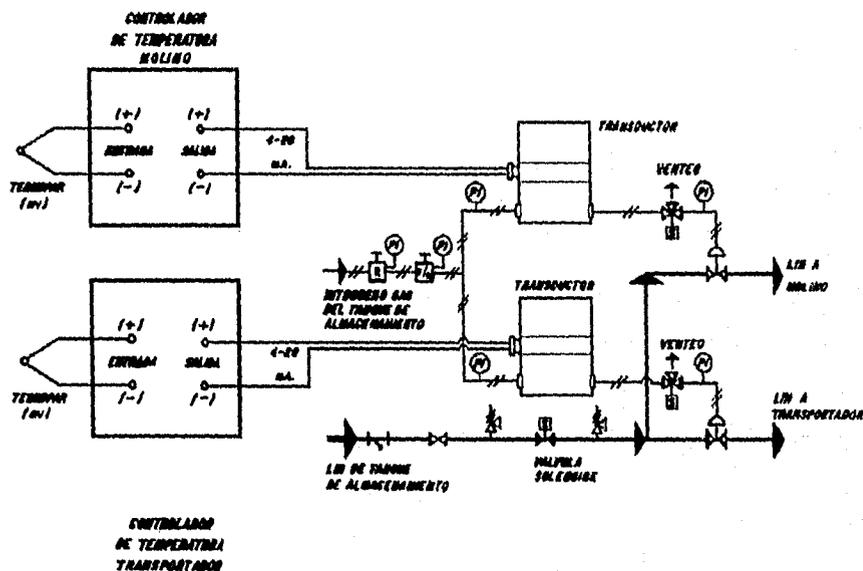


Figura 3.16. Sistema de control de suministro de Nitrógeno Líquido.

### 3.3. DESCRIPCIÓN DE EQUIPOS AUXILIARES.

#### GUILLOTINA DE NAVAJA GH-1.

Mediante este equipo se efectúa la reducción en tamaño del material plástico a dimensiones inferiores a  $100 \text{ cm}^2$  ( $15.5 \text{ pulg}^2$ ) de área y espesores inferiores a  $1.26 \text{ cm}$  ( $0.5 \text{ pulg}$ ). Forma parte de los equipos auxiliares del proceso de reciclado criogénico, figura 3.17. que tiene la finalidad de reducir el material al tamaño indicado anteriormente para poderlo alimentar al granulador. Consta básicamente de las siguientes partes: 1) el cuerpo de la guillotina que es una estructura metálica formada por una mesa de rodillos para la alimentación del material; 2) una cuchilla accionada por un pistón hidráulico, 3) un canal de descarga, 4) la unidad hidráulica, constituida por 5) una bomba de engranes, 6) depósito con indicador (mirilla) de nivel, para almacenar el aceite hidráulico y 7) la válvula manual de tres vías para accionar el pistón.

Una vez que el material está colocado en la mesa de rodillos se acciona la válvula manual de tres vías para que la cuchilla descienda lentamente hasta realizar el corte del material, cuando esto se ha logrado se acciona la válvula en sentido inverso para que el pistón haga regresar a la cuchilla a su posición inicial. Este procedimiento se repite tantas veces como sea necesario si se requiere que la guillotina opere de manera continua. El material cortado pasa a la etapa posterior de granulación para reducir aún más el tamaño del material plástico.

- 1. Mesa de rodillos
- 2. Cuchilla
- 3. Canal de descarga
- 4. Pistón hidráulico

- 5. Bomba de engranes
- 6. Depósito de aceite
- 7. Válvula operadora del pistón

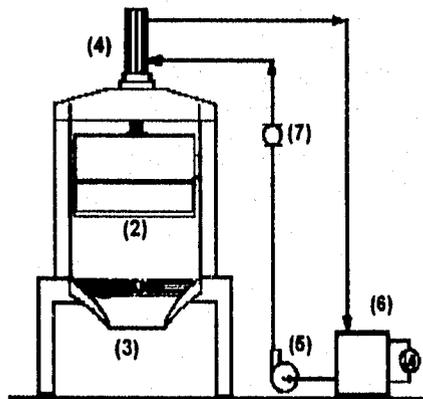


Figura 3.17. Guillotina.

**Características del equipo:**

Tipo	Cizalla.
Accionamiento	Hidráulico
Potencia motor-bomba	5 Hp
Voltaje	440 Volts.

**GRANULADOR G-1.**

El granulador tiene la función de reducir aún más el tamaño del material proveniente de la guillotina, con la finalidad de alcanzar tamaños promedio de 3/5 pulg. (0.95 cm) requeridos por el transportador helicoidal. El granulador consta de tres cuchillas móviles separadas 90° una de otra y montadas radialmente sobre un rotor, dos cuchillas fijas más se encuentran dentro del cuerpo del granulador. La rotación del rotor es proporcionada por un motor eléctrico y el sistema de transmisión entre motor y rotor es por medio de bandas, figura 3.18.

El material plástico se alimenta manualmente al granulador utilizando el acceso de carga y cae perpendicular al eje de rotación de las cuchillas móviles, la fuerza centrífuga del rotor desplaza el material hacia la periferia y efectúa el corte por medio de una acción de tijera entre las cuchillas móviles y las fijas, existiendo un claro entre cuchillas de aproximadamente 20 milésimas de pulgada entre una y otra, esto permite lograr cortes finos de material.

En la parte inferior del granulador se localiza el tamiz perforado que proporciona el tamaño final de la partícula. El material que adquiere un tamaño de partícula igual o inferior a 3/8 pulg. (0.95 cm.) sale a través de las perforaciones y cae a la tolva de succión del soplador, para enviarlo a la tolva de alimentación del transportador helicoidal. Este soplador forma parte de un sistema neumático. Este equipo tiene la succión directamente unida en la cámara interna del granulador y la descarga conectada por tubería de PVC al separador ciclónico.

1. Cuchillas giratorias

2. Cuchillas fijas

3. Acceso de carga

4. Tamiz perforado

5. Soplador

6. Tubería de descarga

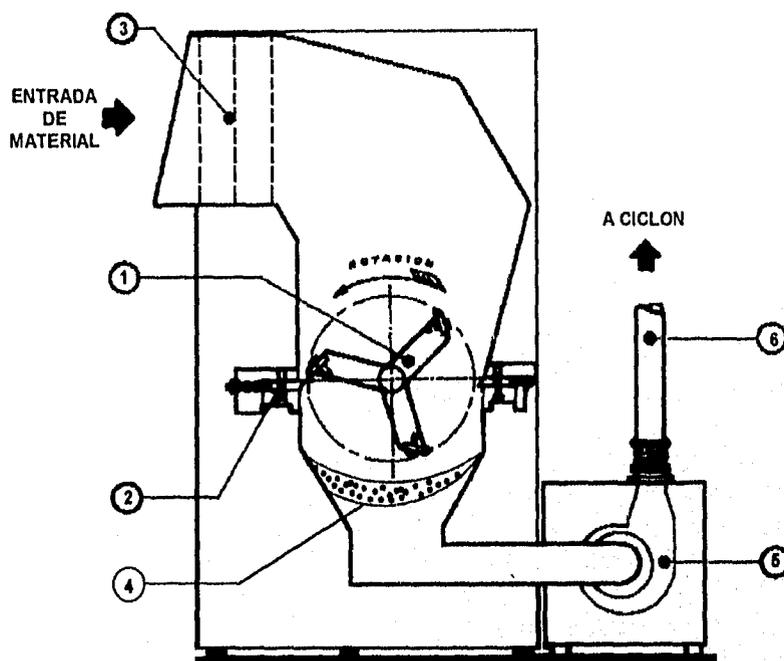


Figura 3.18. Granulador.

**Características del equipo:**

Capacidad:	500 Kg/hr (1102 lb/hr).
Tipo de cuchillas	Navaja.
Potencia requerida	20 Hp
Voltaje	440 Volts
Radio de giro de cuchillas	25.4 cm (10 pulg.)
Tipo de transmisión	Bandas.
Velocidad	645 rpm

### SOPLADOR NEUMATICO SN-10

Es un equipo que se encuentra integrado al granulador G-1, tiene la función de extraer por la parte inferior del granulador el material que se descarga en el tamiz y enviarlo al ciclón CY-1. Está constituido básicamente por un ventilador tipo turbina que es impulsado por un motor eléctrico de 3 HP. Por el ojo de la turbina es succionado el material plástico, al cual se le ejerce velocidad y dirección necesaria para permitir con esto su arribo al ciclón CY-1 y posteriormente a la tolva de alimentación del transportador helicoidal TH-3. figura 3.18.

### CICLON CY-1.

El separador ciclónico o ciclón es la parte del sistema neumático que recibe el material descargado por el soplador neumático SN-10.

La corriente de material granulado entra por la parte superior al ciclón de forma tangencial, recibiendo un movimiento giratorio conforme entra a la cámara del ciclón. La velocidad tangencial de las partículas tiende a desplazarlas hacia la periferia, el movimiento espiral de la corriente de material da como resultado cierta aceleración radial mientras que simultáneamente, la fuerza gravitacional le imparte un movimiento descendente. Las partículas de material continúan moviéndose hacia abajo realizando un recorrido en forma de espiral y el aire libre de sólidos, se desplaza hacia arriba por el núcleo central. Esta operación permite que estos equipos efectúen más rápida y efectivamente la separación, sobre todo cuando se trata de partículas con alto peso específico, figura 3.19

De esta forma el material plástico granulado cae en forma continua a la tolva de alimentación TA-1 del transportador helicoidal.

1. Alimentación de material plástico y aire.
2. Salida de aire limpio a la atmósfera.
3. Salida de material plástico a transportador.
4. Cono.
5. Parte superior helicoidal.
6. Vórtice.

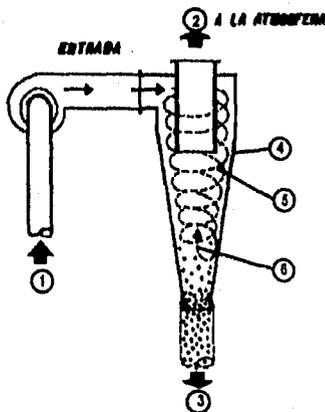


Figura 3.19. Ciclón.

## **CRIBA VIBRATORIA CB-1.**

Las cribas vibratorias ó tamices giratorios, son máquinas de caja, ya sean redondas o cuadradas, con una serie de cribas colocadas unas sobre otras. La oscilación proporcionada por medio de excéntricas o contrapesos se lleva a cabo en una órbita circular o casi circular, en algunas máquinas se aplica una acción suplementaria de látigo. La mayoría de los tamices giratorios tienen una vibración auxiliar, provocada por esferas o anillos circulares que saltan sobre la superficie inferior de la tela de la malla.

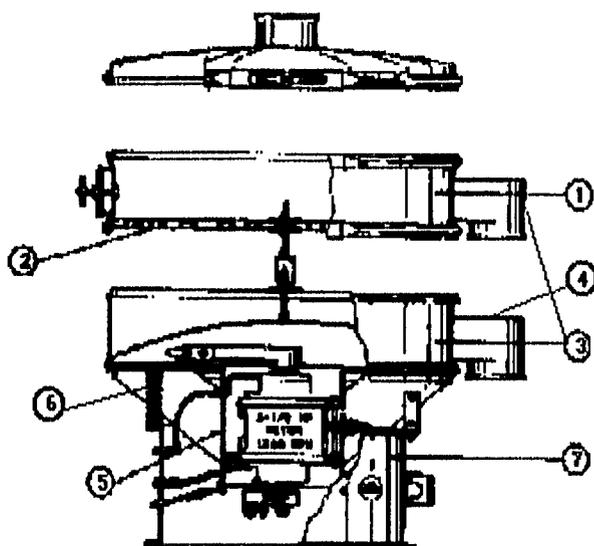
La criba vibratoria utilizada durante los experimentos de molienda criogénica tiene las siguientes características: consta de un marco de distribución circular por el cual se alimenta el material a tamizar, una canaleta de descarga; un tamiz o malla que dependiendo de los requerimientos del producto terminado puede ser de diversos tamaños; un marco inferior que tiene acoplada la columna del motor; la base sobre la que descansa el conjunto está apoyada sobre resortes y un motor eléctrico al que se encuentran acoplados contrapesos en ambos extremos de la flecha, figura 3.20.

El material que ingresa a la criba se hace llegar perpendicular a la superficie del tamiz, desde la tolva del producto mediante el transportador de resorte, una vez que se ha puesto a funcionar el motor de la criba vibratoria.

El desplazamiento horizontal del material sobre la tela del tamiz puede ser radial (desde la periferia hacia el centro) o bien describir trayectorias semicirculares, esto depende del tamaño de la partícula, contenido de humedad, velocidad de alimentación, número de malla, etc. Algunos materiales requieren además de un movimiento vertical combinado con el desplazamiento horizontal. Los materiales gruesos requieren de un movimiento más agresivo, para lo cual se utilizan anillos de PVC y esferas, mientras que los materiales finos pueden requerir de un movimiento más suave. Cualquiera de estas condiciones se logra variando el ángulo de alineamiento entre los contrapesos del tope y la base del motor y agregando o quitando contrapesos en ambas partes del motor.

### **Características del equipo:**

Potencia requerida	2.5 Hp
Tipo de criba	Circular
Velocidad	1200 rpm
# de Cribas	2



- |  |                             |
|--|-----------------------------|
| 1. Marco de distribución                     | 5. Acoplamiento motor-criba |
| 2. Tamiz                                     | 6. Resortes                 |
| 3. Canaletas de descarga                     | 7. Base estructural         |
| 4. Marco inferior de<br>descarga de producto |                             |

Figura 3.20. Criba vibratoria.

### EXTRACTOR DE NITRÓGENO GAS EG-9

El extractor de nitrógeno es un equipo cuya función está orientada a aspectos de seguridad en el proceso de molienda criogénica, dadas las características de la sustancia criogénica utilizada. Debido a la evaporación de nitrógeno líquido, el gas formado tiene que ser extraído de la planta y esta operación es precisamente la que realiza este equipo. Debido a que el molino martillos es el equipo donde se genera la mayor cantidad de gas y por lo tanto la concentración de nitrógeno es alta en esta sección, por lo tanto la ubicación del extractor debe ser muy próxima a este equipo. Las partes principales que constituyen el extractor de nitrógeno gas son las siguientes:

**a).- Mamparas:** Están constituidas simplemente por cortinas de plástico sostenidas en la parte superior a la campana de extracción y en forma libre hacia la parte inferior, tienen una altura aproximada de 2.0 mts. desde la campana de extracción a nivel de piso.

**b).- Campana de extracción:** Dirige el flujo de nitrógeno gas hacia la atmósfera a través de un túnel.

**c).- Extractor:** Se encuentra ubicado en la parte superior del túnel, donde succiona la masa gaseosa de nitrógeno descargándola hacia el exterior de la planta. Las características del equipo son:

Potencia requerida	5 Hp
Tipo de extractor	Centrífugo
Capacidad	450 M <sup>3</sup> /hr.
Velocidad	1800 rpm
Voltaje	440 Volts.

### **TRANSPORTADOR DE RESORTE TR-8.**

El transportador de resorte es un equipo auxiliar del proceso de molienda criogénica que tiene la función de transportar el material pulverizado desde la tolva de descarga del molino TP-2 hacia la parte superior de la criba vibratoria CB-1.

Este equipo está constituido de un resorte fabricado en acero inoxidable con una longitud aproximada a los 9 mts. y un diámetro externo de 10 cms. El resorte se encuentra contenido en un tubo flexible cuyo diámetro interno es de aproximadamente 14 cm. Además se encuentra acoplado a un motor de 3 Hp que al arrancar hace girar el resorte para que realice el efecto de transportador y tome el material para llevarlo hacia la parte superior de la criba vibratoria.

### **3.4. APLICACIONES DEL MÉTODO.(4,22,24,27,33)**

A continuación se describen algunas de las aplicaciones más relevantes del proceso de molienda criogénica:

#### **a). TELAS PLÁSTICAS.**

Una vez terminado el periodo de vida útil de las telas plásticas, estas pueden ser molidas criogénicamente. El material reciclado obtenido por éste método se mezcla con material nuevo preparado a base de resina virgen, utilizando un mezclador de baja velocidad llamado mezclador de Ilistón, se pueden realizar mezclas con un contenido de material reciclado entre 10 y 20 %. Este porcentaje varía de acuerdo a la calidad de producto final que se desee. La mezcla de resina virgen y reciclada es perfectamente mezclada, luego es pasada a un molino de rodillos para lograr una mezcla pastosa y homogénea y finalmente es alimentada a la calandria para obtener la película.

Con el material reciclado también se pueden obtener pisos integrales laminando varias capas de PVC con material reciclado y una lámina superior a base de material virgen impresa con un diseño. Este se recubre con una capa protectora de desgaste de PVC transparente, también hecho de material virgen. El espesor total del piso integral puede ser de 60 a 80 milésimas de pulgada.

#### **b). PRODUCTOS DE HULE DE MOLDEADO Y EXTRUSIÓN.**

A través del pulverizado criogénico de hule de llanta se obtienen partículas con un grado de aspereza alto, mismas que pueden ser moldeadas por compresión y mezcladas en el proceso realizando la función de ablandadores y material de relleno. El efecto que tiene el tamaño de partícula sobre la resistencia de una hoja elaborada a base de hule es mayor y podría generalizarse en términos de que a menor tamaño de partícula mayor resistencia. El moldeo por compresión simple origina más bajas resistencias y elongaciones para productos de hule reciclado con respecto a hule natural y SBR ( Estireno-Butadieno). La extrusión de hule reciclado puede ser facilitada por la adición al proceso de aceites que se absorben y reemblanecen el hule. Los productos pueden variar en porosidad dependiendo sobre todo de la presión del proceso, velocidad, temperatura y aditivos. Algunos materiales volátiles pueden ser adicionados a propósito para crear burbujas en el producto, como es el caso de la espuma de hule flexible que se utiliza como relleno y aislamiento. Una aplicación también interesante del hule reciclado criogénicamente es la producción de manguera porosa utilizada para propósitos de irrigación. Los aditivos originales incorporados al hule de llanta inhiben la degradación química de la manguera, tal que las consecuencias de daño por exposición del material al medio ambiente son mínimas. Recubrimientos, pinturas y sellos pueden ser hechos de partículas de hule reciclado. Las partículas son dispersadas y disueltas en tolueno u otro disolvente y para obtener mejores resultados los tamaños de partícula del hule tienen que ser de 50 micrones o más pequeños para alcanzar una uniformidad en el producto.

Los pavimentos de asfalto elastificado y recubrimientos ofrecen un importante uso para las partículas de hule reciclado. El hule reciclado de 15 a 25 micrones es adicionado para tener un buen grado de penetración en el asfalto en cantidades de un 40% en peso de hule.(24).

#### **c). INDUSTRIA ALIMENTICIA Y DE ESPECIAS.**

##### **VEGETALES:**

En la producción de alimentos, ingredientes individuales tienen que ser pulverizados separadamente para obtener un grado fino de partícula, con una mínima pérdida de sabor. En los procesos normales de reducción de partículas, el calor es generado cuando la energía es usada para fracturar una partícula en tamaños más pequeños. Esta generación de calor usualmente va en detrimento del producto y el resultado es pérdida del sabor y calidad. Con el uso del nitrógeno líquido como sustancia de enfriamiento se eliminan estas

características tan importantes que se perdían cuando se utilizaban sistemas de enfriamiento a base de aire y agua que tenían la función de reducir el calor producido en el pulverizado.

### ESPECIAS:

El pulverizado criogénico de las especias es una técnica que ayuda a mantener la calidad natural de estos productos. El uso de nitrógeno líquido evita la volatilidad de los aceites esenciales de las especias conservando el sabor natural de éstos.

No todas las especias requieren temperaturas criogénicas para pulverizarse. La temperatura a ser utilizada es determinada por el producto, tamaño de partícula final y color requerido. Por ejemplo el chile pimiento podrá ser molido a  $-115^{\circ}\text{C}$  ( $-175^{\circ}\text{F}$ ), mientras la nuez moscada, que contiene un alto contenido de aceite requiere una temperatura de aproximadamente  $-156.7^{\circ}\text{C}$  ( $-250^{\circ}\text{F}$ ). En comparación el orégano requiere una temperatura de  $-6.7^{\circ}\text{C}$  ( $-20^{\circ}\text{F}$ ).

La cantidad de nitrógeno líquido consumida por kilogramo de especia pulverizada esta directamente relacionada con el tipo de equipo utilizado, temperatura de operación y tamaño de partícula requerido. No es posible predecir la cantidad de nitrógeno líquido a ser usada debido a que los requerimientos de operación son ampliamente diferentes. A continuación se enlistan algunos valores para especias pulverizadas con nitrógeno líquido utilizando técnicas de inmersión (24).

ESPECIA	MALLA % MICRÓNES		RELACION DE PRODUCCIÓN Kg/hr	RELACION DE PULV.KgNL/kg.
CLAVO	100	30	136	0.78
PEREJIL	100	40	49	0.60
ORÉGANO	100	40	75	0.92
CANELA	100	40	172	0.58
NUEZ MOSCADA	100	20	326	0.63
CHILE PIMIENTO	100	40	249	0.55

### d). RECUPERACIÓN DE METALES NO FERROSOS.

La recuperación de metales como el aluminio y el cobre se está incrementando en algunos países como: Estados Unidos, Alemania, Japón. Algunos objetos como: alternadores de automóviles, generadores, motores eléctricos, solenoides, interruptores, etc., están fabricados de estos metales, además de una forma de aislamiento.

El desensamble manual de estas unidades y la separación de sus componentes en materiales distintos requiere tiempo y por lo tanto su costo se incrementa. El tirar estas unidades como "chatarra o basura" implica un gran desperdicio de nuestros recursos naturales.

Mediante el proceso criogénico podemos lograr que la unidad alcance temperaturas inferiores a  $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $-130\text{ }^{\circ}\text{F}$ ), bajo estas condiciones el acero se vuelve frágil, y al ser sometido a impactos en un molino de martillos se obtienen pedazos de acero, mediante la utilización de imanes se logrará separar las partículas de acero de la mezcla. En el caso de cables eléctricos el aislamiento es separado utilizando una corriente de aire que lo hace flotar dejando los materiales limpios y obteniéndose una recuperación del 100% de cobre.

#### **e). RECICLADO DE PLÁSTICO ABS-CROMO.**

Los plásticos cromo-plateados, particularmente ABS-Cromado (Acilonitrilo-Estireno-Butadieno), es encontrado en un gran número de aplicaciones en la industria automotriz y de aparatos, en componentes resistentes que son cosméticamente atractivos debido al acabado en alto brillo del cromo. Los estudios de mercado indican que alrededor de 40 millones de libras de ABS-cromado son desechadas cada año en los Estados Unidos cada año, esto representa un tremendo desperdicio de un gran valor en materia petroquímica.

La tecnología de la molienda criogénica ha sido adaptada para el reciclado del ABS-cromado, con el objetivo de separar el plástico como ABS y el cromo por otro lado también es recuperado.

Este proceso se conforma de tres etapas básicas, descritas a continuación:

- a). Granulación con remoción magnética de aproximadamente entre un 5 y un 10% de hojuelas de cromo liberadas.
- b). Enfriamiento criogénico seguido por una impactación del material en un molino de alta velocidad, en el cual, debido a las distintas propiedades de impacto y al choque térmico, se logra una "liberación" del ABS del seno del cromo.
- c). Mediante varias etapas posteriores de separación magnética se obtiene un rendimiento del 99% de cromo libre de ABS.

### **3.5. VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE LA MOLIENDA CRIOGENICA V.S. MOLIENDA AMBIENTAL**

El uso de nitrógeno líquido para el pulverizado criogénico ofrece muchas ventajas cuando es comparado con los métodos estándares de molienda ambiental. Algunos de los beneficios más comunes son listados y descritos a continuación:

**MEJORAS EN LA REDUCCIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULA:** Con un refrigerante criogénico como el nitrógeno líquido, es posible moler ciertos materiales en partículas finas, los cuales no podían ser reducidos por otros métodos. Por ejemplo en alimentos, el efecto es directo ya que mantiene el sabor del producto, garantizándose la calidad de los productos alimenticios, además de obtenerse una mejor dispersión cuando son mezclados. Obteniéndose tamaños de partícula hasta de 600 micras.

**POLVOS FINOS:** Se mejora la alimentación en tolvas, se obtienen colores más firmes y parejos en pigmentos para pintura, se mejora el flujo en sistemas de empaque y tableteado.

**VELOCIDADES DE PRODUCCIÓN ALTAS:** Un control en la temperatura criogénica muy preciso permite obtener mejores rendimientos de producto pulverizado por unidad de tiempo.

**REDUCIDOS INCREMENTOS DE CALOR:** Con el uso de nitrógeno líquido no se presentan daños en el producto debido a cambios en propiedades químicas y físicas, además características como el color y sabor en los alimentos no se alteran.

**REDUCIDOS COSTOS DE OPERACIÓN:** El uso de nitrógeno líquido reduce las necesidades de potencia eléctrica del molino, lo que conduce a bajos costos operativos.

**ATMÓSFERA INERTE:** Muchos materiales requieren de atmósferas libres de humedad o aire, cuando son pulverizados. El proceso de molienda criogénica puede proporcionar esta atmósfera además de la refrigeración requerida. Una atmósfera de nitrógeno puede también favorecer el empaque libre de humedad, además de reducir las velocidades de reacción biológicas y químicas. Estas condiciones inertes son altamente deseables sobre todo en la industria alimenticia.

**RECICLADO PRACTICO:** La molienda criogénica permite que productos rechazados y desechos del proceso continuo permita ser reciclado, reduciendo de esta forma el costo total del proceso.

Debido a que los procesos de reciclado criogénico normalmente se efectúan en una sola etapa, los requerimientos de potencia para estos procesos son más bajos que para los procesos a temperatura ambiente.

## CAPITULO 4 ETAPA EXPERIMENTAL

### 4.1. DESCRIPCIÓN DEL EXPERIMENTO.

La etapa experimental comprendió un total de 10 experimentos de los cuales 5 correspondieron a muestras de PVC-Pellets y 5 más a muestras de PVC-Película.

La metodología para cada uno de los experimentos se realizó siguiendo la misma secuencia en cada uno de ellos, exceptuando variantes que en cada una de las figuras del capítulo 5 y en las tablas 5.3 y 5.4 se observan. Con la finalidad de obtener la mayor información posible que permita conocer y analizar el comportamiento de los equipos y del proceso se describen a continuación las principales etapas del experimento, así como los parámetros de control registrados en cada uno de los experimentos.

#### PRIMERA ETAPA.

Esta etapa consistió en seleccionar la presentación y cantidad de polímero de PVC a pulverizar, siendo las presentaciones de PVC-Flexible en película y PVC en forma de Pellets las disponibles para efectuar los experimentos de pulverizado. Las cantidades de material de cada uno de los experimentos fué variable y dependiente de la cantidad suministrada por las compañías interesadas en el proceso de molienda.

Una vez definida la presentación y la cantidad a pulverizar, se procedió a seleccionar tamaño y forma del tamiz del molino pulverizador y el tamaño de tamiz de la criba vibratoria de acuerdo a las especificaciones de tamaño de partícula requeridas. A continuación se enlistan los tamaños de tamices designados por el fabricante y sus equivalencias tanto para el molino como para la criba vibratoria con los que se contó para realizar los experimentos.

TAMICES PARA MOLINO PULVERIZADOR.	ABERTURA DEL TAMIZ	
	mm.	micras
020-RH	0.508	508
020-HB	0.711	7111
032-RH	0.813	813
035-RH	0.889	889
035-HB	1.220	1220
062-RH	1.524	1524

TAMICES PARA CRIBA VIBRATORIA.	DESIGNACIÓN EQUIV. DE TYLER	ABERTURA DE LA MALLA	
		mm.	micras
10	9	2.00	2000
20	20	0.841	841
35	35	0.420	420
60	60	0.250	250
80	80	0.177	177

Es importante mencionar que el número de los tamices del molino es directamente proporcional al tamaño de las ranuras del tamiz, mientras que los números de los tamices de la criba son inversamente proporcionales al tamaño de las perforaciones de los tamices.

Una vez definidos los tamaños de los tamices y colocados en los respectivos equipos, el siguiente paso fué registrar el peso inicial y presión del tanque de almacenamiento de nitrógeno líquido, tomando en consideración que la cantidad de líquido contenido en el tanque cumpla una relación de por lo menos 1 kg de NL por un kg de material a pulverizar, es importante mencionar que esta relación puede variar para otro tipo de materiales a pulverizar.

Respecto a la presión de la fase gaseosa del tanque se comprobó experimentalmente que el valor ideal en el cual se obtenía un menor consumo de NL sin variar otras condiciones debería oscilar entre 1 y 1.5 Kg/cm<sup>2</sup> (0.97 y 1.44 atm), valor que permaneció constante para todos los experimentos.

El paso siguiente fué alimentar el material granulado a la tolva del transportador cuya capacidad es de aproximadamente de 250 kg. El siguiente paso fué seleccionar las temperaturas de operación del molino pulverizador y del transportador helicoidal en los controles respectivos de cada equipo como se mencionó en el capítulo # 3 sección referente al sistema de control. Las temperaturas seleccionadas para cada experimento fueron en algunos casos diferentes, puesto que se buscaba hacer más eficiente el proceso utilizando una menor cantidad de NL, lográndose finalmente de acuerdo a los experimentos realizados un valor promedio de temperatura en el molino de -25°C (-13°F) y en el transportador helicoidal de -45°C (-49°F).

**En resumen los parámetros registrados durante la primera etapa son:**

1. Peso total de material a pulverizar.
2. Peso inicial del tanque de almacenamiento.
3. Presión del tanque de almacenamiento.
4. Hora de arranque.
5. Tipo y tamaño del tamiz del molino.
6. Tamaño de la malla en la criba vibratoria.

## **SEGUNDA ETAPA.**

Realizado lo anterior se procedió a arrancar primeramente el molino pulverizador. Debido a que éste se encuentra a la temperatura ambiente, la cantidad de NL suministrada inicialmente es alta y a medida que decrece la temperatura en su interior el consumo de NL disminuye, mientras tanto el NL gasificado se dirige hacia la sección de enfriamiento del transportador helicoidal para aprovechar la entalpía del gas a baja temperatura y preenfriar el material plástico. Una vez alcanzados 0 °C (32°F) en el transportador helicoidal se procede a arrancar éste equipo. Un reósteto regula la velocidad del equipo, la cual es baja durante el inicio del experimento, debido a que el material plástico aún no adquiere la temperatura adecuada. Por lo tanto en esta sección del experimento se requiere una mayor cantidad de NL para extraer este calor y un incremento rápido de velocidad en el

transportador provocará un mayor consumo de NL, además el tiempo de residencia del material en el equipo no será el suficiente para alcanzar la temperatura de transición vítrea que requiere. Conforme el polímero avanza a lo largo del transportador en la dirección del molino, el vapor de nitrógeno generado fluye a contracorriente removiendo cierta cantidad de calor del material que ingresa al transportador. El sistema de aspersión de NL por su parte continua espreando al plástico y a medida que este avanza hacia el molino, alcanza la temperatura seleccionada en el controlador, la cual corresponde a una temperatura inferior a la de transición vítrea.

Algunos experimentos han demostrado que la fase vapor del nitrógeno líquido remueve 0.25 BTU de energía calorífica del producto por cada 0.56°C (1°F) de cambio de temperatura y el cambio de estado del nitrógeno líquido a estado gaseoso remueve 86 BTU de energía calorífica del producto por cada libra de nitrógeno líquido consumido.(24).

Conforme se enfría el material plástico, la velocidad del transportador puede ser incrementada hasta alcanzar la sección de descarga, lugar donde se encuentra instalado el termopar de temperatura del transportador, el cual indica que el material ha adquirido la temperatura deseada y bajo esta condición el material plástico será fácilmente fracturado por el molino pulverizador.

El material llega al molino por un extremo y es arrastrado por el rotor de martillos hacia la parte alta del molino en donde se encuentra instalada la pantalla de impacto, efectuándose en esta sección la reducción de tamaño del material plástico. Si el tamaño de partícula es inferior al diámetro de las perforaciones del tamiz que se encuentra en la parte inferior del molino, las partículas caen hacia la tolva de descarga en donde se colectan para su traslado hacia la criba vibratoria vía el transportador flexible. Si el tamaño de partícula es mayor al tamaño de las perforaciones del tamiz, el rotor de martillos llevará nuevamente esas partículas hacia la parte superior del molino para reducirlas. De esta forma continua el proceso de pulverizado del material plástico, consumiéndose el NL necesario para efectuar el proceso.

Se comprobó con base a los resultados obtenidos de los experimentos que incrementando la velocidad del transportador helicoidal en intervalos de 5 RPM entre 3 y 5 minutos durante la etapa inicial se alcanzan velocidades óptimas sin desbalancear la operación continua del molino y las temperaturas de operación, caso contrario sucede cuando la alimentación de material es rápida por parte del transportador hacia el molino, bajo esta situación se generan problemas de sobrecarga en el molino además de que el material no alcanza la temperatura criogénica deseada, esta condición provoca "atascamientos" del molino y por lo tanto demanda excesiva de corriente en el motor, lo que trae como consecuencia paros intermitentes del equipo, mayores consumos de nitrógeno y bajas velocidades de pulverizado, como se pueden observar en las tablas 5.3. y 5.4.

Durante esta etapa se registraron las siguientes variables en intervalos de tiempo de 5 hasta 15 minutos dependiendo de la cantidad de material plástico a pulverizar.

**-Amperaje del motor del molino pulverizador:** Este parámetro es indicativo del estado en que se encuentra en molino: vacío, cargado o sobrecargado.

**-Temperatura en la cámara de pulverizado:** El registro de este parámetro permite conocer la temperatura del material pulverizado con el objeto de mantener en todo momento las condiciones criogénicas del material en este equipo. Un termopar tipo "T" instalado muy próximo a la descarga del molino mide esta variable del proceso. Ver página 43.

**-Velocidad del transportador helicoidal:** Este parámetro es indicativo de qué tan rápida o lenta es la alimentación del material plástico al molino pulverizador.

**-Temperatura en la cámara de enfriamiento del transportador:** Esta variable se registró también y es indicativa de que el material ha adquirido la temperatura óptima para su pulverizado. Un termopar tipo "T" instalado justo a la descarga del transportador mide esta temperatura. Ver página 43.

Mediante el control de estos parámetros, se logró optimizar el consumo de nitrógeno líquido y la velocidad de pulverizado de los experimentos.

### **TERCERA ETAPA.**

Cuando el proceso se estabiliza, esto quiere decir que la velocidad a la cual se está alimentando material plástico al molino se mantiene en un rango constante, únicamente es necesario alimentar material a la tolva del transportador para hacer continuo el proceso y extraer de la tolva de descarga del molino el material pulverizado.

El material pulverizado proveniente de la parte inferior del molino a una temperatura aproximadamente de  $-20^{\circ}\text{C}$  es trasladado mediante un transportador flexible hacia la criba vibratoria, ingresando a ésta por la parte superior. El material plástico en esta sección tiene una temperatura de aproximadamente  $5^{\circ}\text{C}$ . El efecto de vibración en la criba incrementa la temperatura del material y aquellas partículas con un tamaño inferior a las perforaciones del tamiz de la criba son colectadas en contenedores para su posterior análisis granulométrico, en tanto las partículas de material plástico de mayores dimensiones son retornadas a través de una de las derivaciones de la criba hacia la tolva de alimentación del transportador para nuevamente ser enfriadas y pulverizadas.

El proceso de pulverizado es continuo mientras no se presentan problemas de "atascamiento" en el molino, existe también la posibilidad de "atascamientos" en el transportador helicoidal, este caso que se presenta cuando la temperatura en la cámara de enfriamiento es excesivamente baja, debido a que el exceso de nitrógeno líquido ocasiona que el material plástico se contraiga formando una estructura rígida imposible de mover con el transportador.

Para finalizar el experimento, es conveniente bloquear la alimentación de nitrógeno líquido al transportador con el objeto de evitar un consumo excesivo de NL en ésta etapa, además

de reducir la relación de producción. La velocidad del transportador se incrementa para desalojar todo el material contenido en éste. En este momento el transportador puede ser parado, siempre y cuando el amperaje del molino haya disminuido hasta valores inferiores a los 10 amperes. Mientras tanto el transportador flexible lleva la última cantidad de plástico pulverizado a la criba vibratoria para con esto finalizar el proceso de pulverizado.

La duración del experimento comprende desde el arranque del molino pulverizador hasta el paro de éste. Para cuantificar el consumo final de nitrógeno líquido en cada uno de los experimentos se registra el peso final del tanque de almacenamiento y sustrayendo este valor del peso inicial se obtiene el consumo total de NL.

El registro de algunos de los parámetros anteriormente mencionados, permite obtener el rendimiento y velocidad de pulverizado del proceso de molienda. Siendo estos dos parámetros definidos de la siguiente manera:

**RENDIMIENTO (R):** Es la cantidad de nitrógeno líquido consumida en (Kg) respecto a la cantidad de material plástico pulverizado (Kg).

$$\text{Kg de NL} / \text{Kg de Mat. Plástico pulverizado} = R$$

**VELOCIDAD DE PULVERIZADO (VP):** Este concepto se define como el peso de material plástico pulverizado (Kg) durante el tiempo de duración del experimento (min).

$$\text{Kg de Mat. Plástico pulverizado} / \text{Tiempo de duración del experimento} = VP$$

A continuación se muestra la cantidad de material plástico pulverizado, el tiempo de duración de cada experimento y el consumo de nitrógeno líquido, datos a partir de los cuales se obtuvieron el rendimiento y velocidad de pulverizado que también se muestran.

PVC - PELLETS					PVC - FLEXIBLE					
	CANTIDAD PLÁSTICO Kg	TIEMPO DE PULVERIZADO SEGUNDO	CANTIDAD DE NL USADO Kg	VELOCIDAD DE PULVERIZADO Kg/seg	RENDIMIENTO Kg NL/Kg	CANTIDAD PLÁSTICO Kg	TIEMPO DE PULVERIZADO SEGUNDO	CANTIDAD DE NL USADO Kg	VELOCIDAD DE PULVERIZADO Kg/seg	RENDIMIENTO Kg NL/Kg
1	478	210	870	2.28	1.4	36	60	87	0.63	1.76
2	813	253	586	3.21	0.72	207	155	433	1.33	2.09
3	1845	368	205	4.24	0.73	208	85	251	2.45	1.2
4	400	435	906	1.12	1.85	1333	350	952	3.81	0.71
5	795	704	1733	1.04	2.18	1118	390	860	2.87	0.77

## 4.2 ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO POR EXPERIMENTO.

Previo a la etapa de embalaje, se tomaron muestras aleatorias de 100 gramos de material pulverizado y se colocaron en el equipo de separación durante 10 minutos para efectuar este análisis, con el fin de conocer la distribución de tamaño de partícula obtenida para cada experimento.

PVC-PELLETS							
RETENIDO EN MALLA	ABERTURA DE LA MALLA		EXPERIMENTO # 1	EXPERIMENTO # 2	EXPERIMENTO # 3	EXPERIMENTO # 4	EXPERIMENTO # 5
	MICRAS	mm	PESO (gr)				
20	841	0.841	0	1.0	0	2.0	0
35	420	0.420	9.7	11.8	10.2	2.2	2.4
60	250	0.250	30.5	34.0	13.0	10.0	2.8
80	177	0.177	24.6	19.5	14.1	14.9	11.5
100	140	0.140	20.3	15.5	23.4	23.3	8.0
115	125	0.125	7.4	10.0	31.5	34.3	22.1
150	106	0.106	3.5	3.2	4.0	9.1	35.1
200	74	0.074	4.0	3.0	3.8	4.2	18.2
TAMIZ UTILIZADO EN EL MOLINO			062-RH	035-HB	035-RH	020-HB	020-RH
ABERTURA DEL TAMIZ (mm)			1.524	1.220	0.660	0.711	0.508

Tabla No.4.1 Resultados de los análisis granulométricos para los experimentos de PVC-Pellets.

PVC-FLEXIBLE							
RETENIDO EN MALLA	ABERTURA DE LA MALLA		EXPERIMENTO # 1	EXPERIMENTO # 2	EXPERIMENTO # 3	EXPERIMENTO # 4	EXPERIMENTO # 5
	MICRAS	mm	PESO (gr)				
20	841	0.841	2.5	0.00	0.00	0.00	0.00
35	420	0.420	13.4	6.1	10.1	18.2	16.8
60	250	0.250	14.5	18.5	18.2	22.7	28.5
80	177	0.177	32.8	24.5	20.7	17.0	16.6
100	140	0.140	13.1	17.0	23.1	15.6	12.6
115	125	0.125	11.4	19.9	19.4	15.1	12.5
150	106	0.106	2.5	6.8	7.0	4.9	2.6
200	74	0.074	10.0	7.2	1.5	6.5	10.2
TAMIZ UTILIZADO EN EL MOLINO			020-HB	032-RH	035-RH	062-RH	062-RH
ABERTURA DEL TAMIZ (mm)			0.711	0.813	0.880	1.524	1.524

Tabla No.4.2 Resultados de los análisis granulométricos para los experimentos de PVC-Flexible.

De los análisis granulométricos arriba descritos se observa en la tabla 4.1. que en el experimento # 5 de PVC-Pellets se obtuvo un mayor porcentaje de partículas con diámetros pequeños que oscilan entre 125 y 74 micras, esto fué como resultado de utilizar el tamiz 020-RH con aberturas circulares de 0.508 mm. de diámetro. Respecto a los análisis granulométricos correspondientes a los experimentos de PVC-Flexible observamos que en el experimento # 2 más de un 50% de la muestra se obtuvo con tamaños de partícula inferiores a 149 micras, lo que indica que fué el mejor experimento en lo que respecta a las distribuciones de partícula obtenidos de esta presentación.

Si comparamos en forma general los resultados de los análisis granulométricos de las 2 presentaciones observamos que el tipo y tamaño de abertura del tamiz utilizado en el molino pulverizador juega un papel relevante en la obtención de partícula más pequeñas, sobre todo cuando son instalados tamices con perforaciones circulares (Tipo RH). Este tipo de tamiz se comprobó que fué recomendable utilizarlo para la presentación de PVC-Flexible por la forma física de los delgados pedazos de película de este material.

Nuevamente si observamos las tablas 4.1 y 4.2 y comparamos experimentos donde se utilizó el mismo tipo y tamaño de tamiz para diferente presentación de material a pulverizar vemos que este caso aplica a los experimentos # 4 de PVC-Pellets y el # 1 de PVC-Flexible donde se observa que es mayor el porcentaje de partículas que oscilan entre 177 y 105 micras para el caso # 4 con respecto al experimento # 1 donde el mayor porcentaje de partículas está entre las 250 y 125 micras. El mismo fenómeno observamos en los experimentos # 3 de las dos presentaciones, esperaríamos que ocurriera la misma situación para los experimentos # 1 de PVC-Pellets y # 5 de PVC-Flexible, el caso es que no fué así la diferencia en la obtención de mayores tamaños de partícula en el experimento # 1 fué originada por "atascamiento" del molino pulverizador que provocó un incremento de temperatura en el sistema influyendo esto en el tamaño de partícula.

### **4.3. PRODUCTO TERMINADO.**

Con base a la cantidad de producto pulverizado se determinó que aproximadamente el 2 % del total del material plástico pulverizado se retorna como producto fuera de especificación al transportador helicoidal.

Otra cantidad de producto terminado corresponde a las partículas de PVC más pequeñas consideradas como polvos finos que son arrastrados por el nitrógeno gasificado durante el pulverizado, estas partículas salen hacia el colector de polvos, se acumulan durante el experimento en este recipiente y al final son enviados directamente a la etapa de embalaje de producto terminado. Estos polvos representan aproximadamente el 5% del total del material pulverizado. El tamaño promedio de partícula de este material oscila entre 50 y 74 micras (malla 200 a 300).

#### **4.3.1 CONSIDERACIONES DURANTE LA ETAPA DE EMBALAJE.**

Con el fin de asegurar que el producto pulverizado tenga las mismas características y propiedades del material plástico original, a continuación se enuncian algunas recomendaciones:

Uso de recipientes perfectamente limpios (sin grasas, humedad y sin residuos de otros materiales) para el manejo exclusivo de material plástico. Es importante asegurar que el material a pulverizar no contenga materiales metálicos, ya que éstos pueden dañar las navajas del granulador, o bien los martillos del molino pulverizador si la materia prima es directamente alimentada a la tolva del transportador helicoidal.

La importancia de la limpieza en todos los equipos es una condición que debe considerarse siempre que el polímero a pulverizar cambie en sus características y propiedades.

Una vez pulverizado el material plástico y colocado en sus respectivos contenedores, estos deberán sellarse herméticamente para evitar problemas de condensación de humedad del medio ambiente, debido a que la temperatura del material a la descarga de la criba vibratoria oscila entre los 10 y 15 °C.

## CAPITULO 5 ANÁLISIS DE RESULTADOS

El siguiente capítulo tiene como objetivo mostrar en forma gráfica los resultados obtenidos en cada uno de los experimentos en las dos presentaciones y analizar cada uno de ellos.

### 5.1 BALANCE DE MATERIALES

La finalidad del siguiente balance es el mostrar las características, cantidad de material manejado en cada una de las corrientes y los tamaños de partícula promedio obtenidos en cada una de las mismas.

CORRIENTE	CARACTERÍSTICAS
A	<b>MATERIAL PLÁSTICO INICIAL</b> PELÍCULA FLEXIBLE: PEQUEÑOS PEDAZOS DE FORMA IRREGULAR CON UN ESPESOR DE 1/16 in. (0.158 cm) Y UN ÁREA PROMEDIO DE 0.0625 in <sup>2</sup> . (0.403 cm <sup>2</sup> ). PELLETS: HOJUELAS CON UN DIÁMETRO DE 3/8 in (0.952 cm) Y ESPESOR DE 1/8 in (0.317 cm).
B	<b>PRODUCTO TERMINADO</b> LOS TAMAÑOS DE LAS PARTÍCULAS SON INFERIORES O IGUALES AL TAMAÑO DE LOS DRIFICIOS DEL TAMIZ COLOCADO EN LA CRIBA VIBRATORIA. EL PROMEDIO EL TAMAÑO DE PARTICULA OSCILA ENTRE 105 Y 400 MICRAS.
C	<b>POLVOS FINOS</b> CORRESPONDE EN PROMEDIO AL 5% DE LA CORRIENTE "A" Y EL TAMAÑO PROMEOIO DE PARTICULA OSCILA ENTRE 50 Y 74 MICRAS (MALLA 200 A 300).
D	<b>PRODUCTO TERMINADO FUERA DE ESPECIFICACIÓN</b> UN PROMEDIO DEL 2% DE PRODUCTO TERMINADO SE RETORNA A LA ALIMENTACIÓN DEL TRANSPDRTADOR HELICOIDAL Y SU TAMAÑO ES SUPERIOR AL TAMAÑO DE LOS ORIFICIOS DEL TAMIZ DE LA CRIBA VIBRATORIA.
E	<b>PRODUCTO TOTAL TERMINADO</b> LAS DISTRIBUCIONES PROMEDIO DE PARTÍCULAS DE ESTA CORRIENTE SON LAS DESCRITAS EN LAS TABLAS No. 4.1 Y 4.2 PARA CADA UNO DE LOS EXPERIMENTOS.

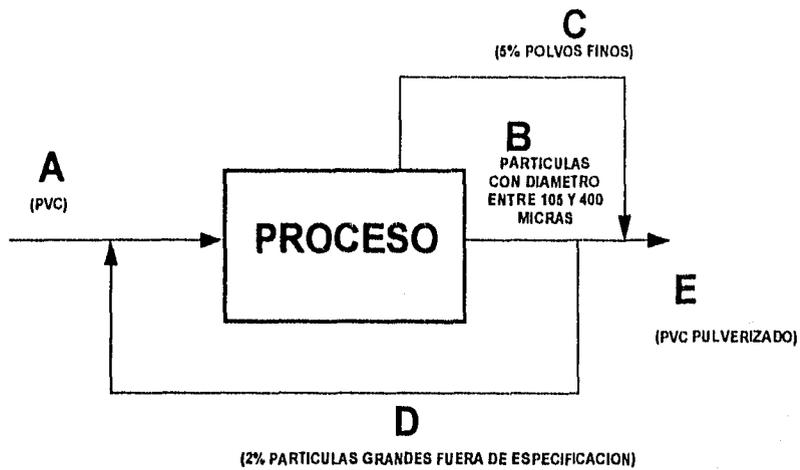


Figura No.5.1. Esquema típico del balance de materiales para el proceso de molienda criogénica.

Las tablas siguientes muestran un resumen del balance de materiales realizado para cada experimento en cada presentación.

PVC-PELLETS

EXPERIMENTO	CORRIENTE (kg)				
	A	B	C	D	E
1	478	454.1	23.9	9.08	478
2	813	772.35	40.65	15.45	813
3	1645	1562.75	82.25	31.26	1645
4	490	485.5	24.5	9.31	490
5	795	755.25	39.75	15.10	795

TABLA 5.1. Contenido en kg de cada una de las corrientes descritas en el balance de materiales para PVC-Pellets.

PVC-FLEXIBLE

EXPERIMENTO	CORRIENTE (kg)				
	A	B	C	D	E
1	38	36.1	1.9	0.72	38
2	207	196.65	10.35	3.93	207
3	208	197.60	10.40	3.95	208
4	1333	1266.35	66.65	25.33	1333
5	1118	1062.10	55.9	21.24	1118

**TABLA .5.2** Contenido en kg de cada una de las corrientes descritas en el balance de materiales para PVC-Flexible.

## 5.2 RESUMEN Y ANALISIS DE RESULTADOS EXPERIMENTALES

A continuación las siguientes tablas y figuras muestran los resultados obtenidos para cada experimento, además las distribuciones porcentuales del tamaño de las partículas y los comparativos entre ellas.

### PVC PELLETS

EXPERIMENTO	CANTIDAD PULVERIZADA (kg)	TIEMPO DE PULVERIZADO (MINUTOS)	CONSUMO DE N2 LIQUIDO (kg)	VELOCIDAD DE PULVERIZADO (kg/min)	RENDIMIENTO (kg NL/kg PROD)	TAMIZ DEL MOLINO	No. DE MALLA CRIBA VIB. DESIGNACION (TYLER)	DIAMETRO DE PARTICULA PROMEDIO (MICRAS)	DEMANDA PROMEDIO DE CORRIENTE (A)	VELOCIDAD PROMEDIO (RPM)	TEMPERATURA PROM. DEL MOLINO (°C)	TEMPERATURA PROM. TRANSPORTADOR (°C)	OBSERVACIONES
1	478	210	670	2.28	1.4	062-RH	35	250	12.0	10.7	-30	-45	*
2	813	253	586	3.21	0.72	035-HB	35	250	14.8	12.3	-25	-40	*
3	1645	388	205	4.24	0.73	035-RH	35	125	16.8	12.8	-30	-40	*
4	450	435	906	1.12	1.85	020-HB	35	125	17.0	10.1	-35	-45	**
5	756	754	1733	1.04	2.18	020-RH	60	105	18.5	9.5	-35	-50	**

TABLA 5.3

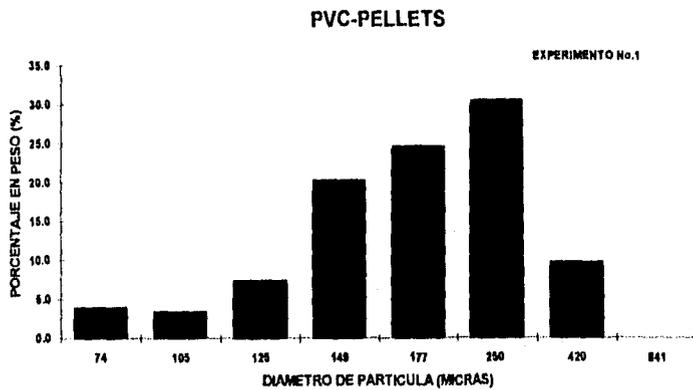
### PVC FLEXIBLE

EXPERIMENTO	CANTIDAD PULVERIZADA (kg)	TIEMPO DE PULVERIZADO (MINUTOS)	CONSUMO DE N2 LIQUIDO (kg)	VELOCIDAD DE PULVERIZADO (kg/min)	RENDIMIENTO (kg NL/kg PROD)	TAMIZ DEL MOLINO	No. DE MALLA CRIBA VIB. DESIGNACION (TYLER)	DIAMETRO DE PARTICULA PROMEDIO (MICRAS)	DEMANDA PROMEDIO DE CORRIENTE (A)	VELOCIDAD PROMEDIO (RPM)	TEMPERATURA PROM. DEL MOLINO (°C)	TEMPERATURA PROM. TRANSPORTADOR (°C)	OBSERVACIONES
1	38	60	67	0.63	1.76	020-HB	35	177	17.8	25	-20	-40	*
2	207	155	433	1.33	2.09	032-RH	35	177	16.8	18.5	-25	-40	*
3	208	85	251	2.45	1.2	035-RH	60	149	16.1	28.9	-30	-45	*
4	1333	350	952	3.81	0.71	062-RH	35	250	15.3	41.9	-30	-40	**
5	1118	390	860	2.87	0.77	062-RH	35	250	13.3	29.4	-30	-45	**

TABLA 5.4

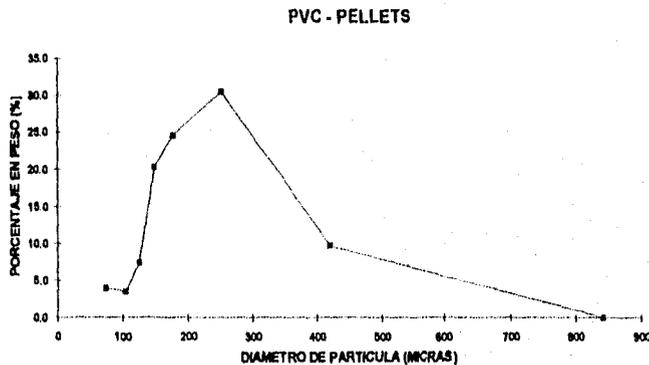
\* ATASCAMIENTO DE MOLINO

\*\* ATASCAMIENTO DE TRANSPORTADOR

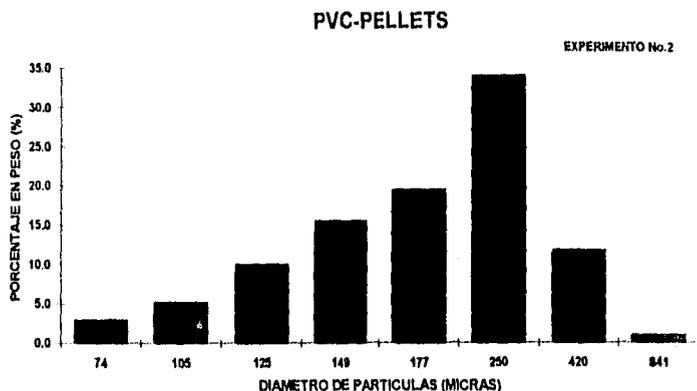


**FIGURA No. 1 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO No.1.**

En este histograma se presenta la distribución del tamaño de partícula en por ciento en peso del experimento No.1. Como se puede observar bajo estas condiciones de operación una importante fracción correspondiente al 30% la constituyen partículas con un diámetro de 250 micras (malla 60) en una distribución asimétrica desviada hacia la derecha. Como se observa en la figura 1a una gran parte de partículas con un diámetro más pequeño al promedio (206.7) contribuyen de una manera importante en la distribución. La desviación estándar para este experimento arrojó un valor de 86.5 lo cual indica que los datos del conjunto forman parte de una distribución anormal en la cual existe demasiada variabilidad de datos, es decir una distribución muy amplia de tamaños de partícula.

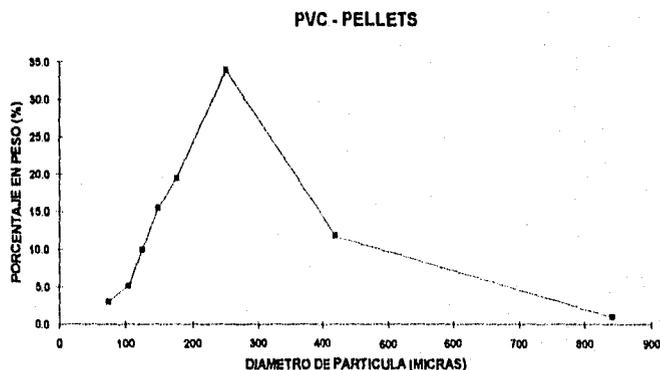


**FIGURA 1a. CURVA DE DISTRIBUCIÓN LINEAL DEL TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DEL EXPERIMENTO No. 1**



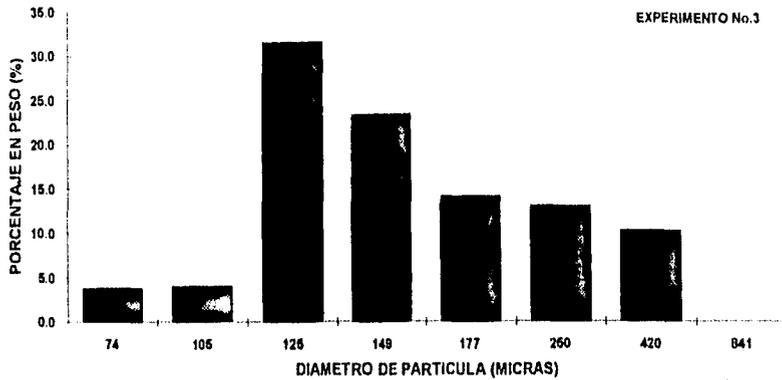
**FIGURA No.2 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO No. 2.**

Este histograma tiene características muy similares al anterior, como se observa existe también una distribución asimétrica con desviación hacia la derecha, el valor medio en este caso corresponde a 220.7 micras y el 34% de la muestra tiene un tamaño de partícula equivalente a 250 micras. Como se puede observar en la figura 2a un gran porcentaje de partículas presentan diámetros inferiores al promedio. Estos resultados son reflejo del cambio de tamiz en el molino pulverizador por uno del tipo HB que tiene orificios más pequeños y alargados. Solo un 13% de la muestra correspondió a partículas con tamaño superior a 250 micras. El valor de desviación estandar de 111.25 es indicativo también una distribución anormal en el cual se obtuvieron una amplia gama de tamaños de partícula.



**FIGURA 2a. CURVA DE DISTRIBUCIÓN LINEAL DEL TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DEL EXPERIMENTO No. 2**

## PVC-PELLETS



**FIGURA No.3 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTICULAS CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO No.3.**

En el histograma correspondiente a este experimento No. 3 se puede observar que el 31.5% en peso corresponde a partículas con un diámetro de 125 micras (malla 115) en una distribución asimétrica con desviación a la izquierda, puesto que aproximadamente el 77% de la muestra son partículas menores a la promedio (181.5) y se localizan en esta sección. La figura 3a nos muestra que se obtuvo un alto porcentaje de partículas con tamaños inferiores al valor promedio. El resto de la muestra con aproximadamente 23 % corresponde a tamaños entre 250 y 841 micras. La desviación estandar de este experimento arrojó un valor de 91.8, lo que indica nuevamente una gran dispersión en los tamaños de las partículas.

El cambio de tamiz en el molino por un 035-RH ocasionó que se obtuviera un mayor porcentaje de partículas de tamaño pequeño, también es importante indicar que la temperatura seleccionada en el transportador contribuyó de manera importante en los resultados ya que al incrementarse de  $-45^{\circ}\text{C}$  a  $-40^{\circ}\text{C}$  originó que el material plástico no se enfriara lo suficiente, obteniéndose como resultado como se mencionó anteriormente un 23% de partículas con tamaños superiores al promedio.

### PVC - PELLETS

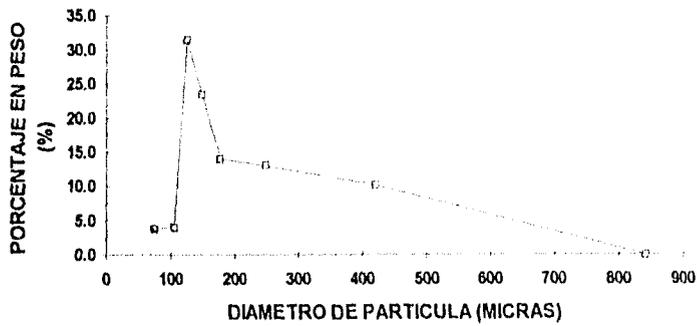


FIGURA 3a. CURVA DE DISTRIBUCIÓN LINEAL DEL TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DEL EXPERIMENTO No. 3

### PVC-PELLETS

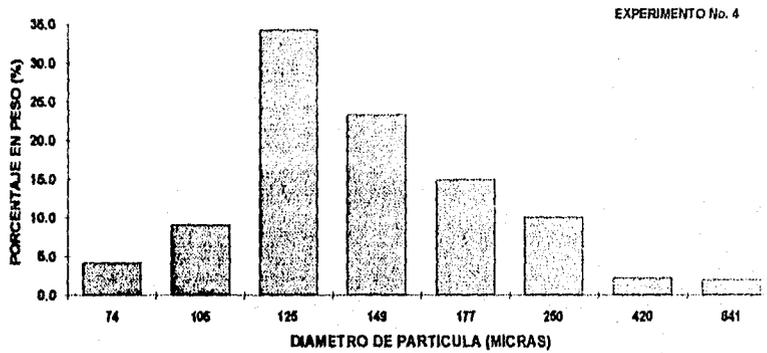


FIGURA No.4 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO No.4.

El cambio de condiciones de operación como fueron: tamiz en el molino con orificios más pequeños y alargados y decremento en las temperaturas del molino y transformador helicoidal de  $-30^{\circ}\text{C}$  a  $-35^{\circ}\text{C}$  y de  $-40^{\circ}\text{C}$  a  $-45^{\circ}\text{C}$  respectivamente originaron este tipo de

distribución asimétrica desviada hacia la izquierda y muy similar a la del experimento anterior. En ésta figura como se puede observar la fracción más representativa corresponde al 34 % de la muestra con un diámetro de partícula de 125 micras (malla 115). Un porcentaje superior al 13 % de la muestra con tamaños de 105 y 74 micras se obtuvieron como resultado de reducir como se indicó arriba en 5° C la temperatura en cada uno de los equipos. Probablemente no se obtuvo un mayor porcentaje de finos puesto que se utilizó un tamiz del tipo 020-HB que aunque sus orificios son pequeños su forma alargada no favorece en gran medida a la producción de tamaños de partícula más finas.

En la figura 4a observamos que aproximadamente el 71% del total de la muestra tiene un tamaño de partícula inferior al valor medio de la muestra correspondiente a 169.3 micras, lo que significa un resultado muy aceptable en la distribución de partículas obtenida.

El valor de desviación estandar obtenido para este experimento fué de 116.7 que indica también una gran diversidad de tamaños de partícula.

### PVC - PELLETS

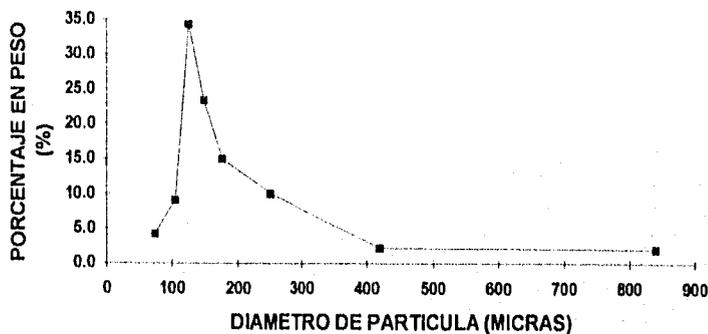
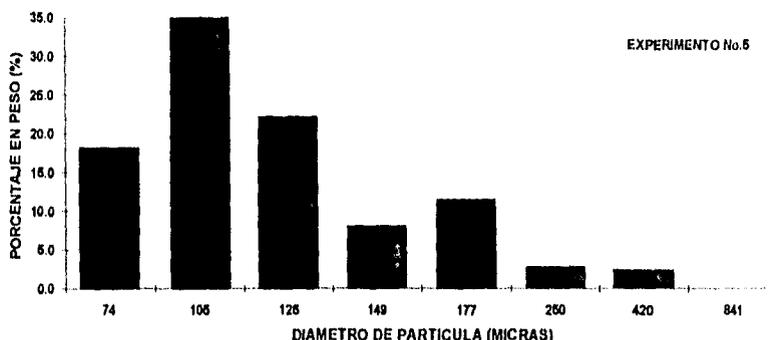


FIGURA 4a. CURVA DE DISTRIBUCIÓN LINEAL DEL TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DEL EXPERIMENTO No. 4

### PVC-PELLETS



**FIGURA No.5 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO No.5.**

Nuevamente para este experimento se cambiaron las condiciones de operación. Se instaló en el molino el tamiz 020-RH con perforaciones circulares y más pequeñas que la de los experimentos anteriores, también se redujo en 5°C más la temperatura del transportador helicoidal con el objeto de obtener partículas más finas. La figura 5a muestra que se trata de una distribución bimodal formada por dos picos, el primero de ellos corresponde a un 10% de partículas con diámetro de 177 micras y el segundo por un 35 % de partículas con diámetro de 105 micras. Este comportamiento se atribuye a los "atascamientos" de molino y transportador helicoidal ocurridos durante el experimento, lo que ocasionó diferencias de temperatura durante el enfriamiento y pulverizado reflejándose estos fenómenos en diferencias muy marcadas de los tamaños de partículas. La simetría del histograma se observa con una tendencia hacia la izquierda reflejo del tamiz 020-RH instalado en el molino. El primer incremento correspondiente a 177 micras arrojó un valor medio de 199.8 micras y el segundo fué de 107.7, las desviaciones estándar obtenidas fueron 79.6 para el primer incremento y de 22.4 para el segundo régimen de partículas, lo que significa nuevamente una variación muy significativa de datos.

### PVC - PELLETS

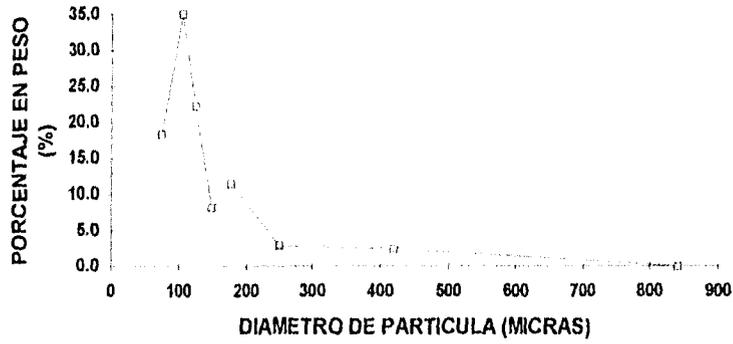
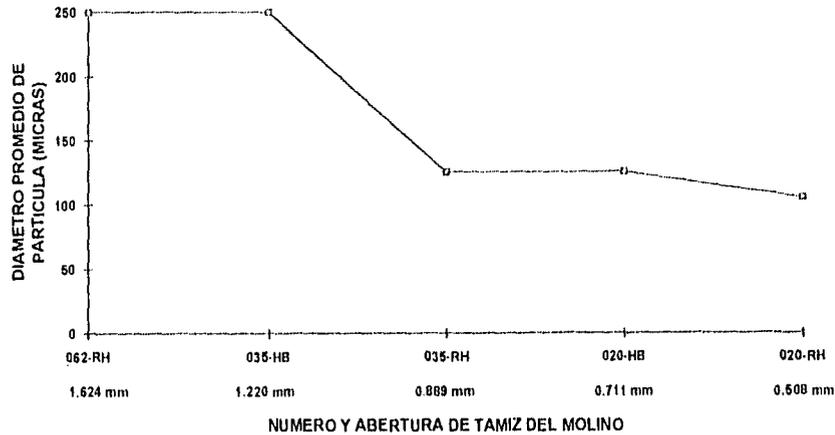


FIGURA 5a. CURVA DE DISTRIBUCIÓN LINEAL DEL TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DEL EXPERIMENTO No. 5

### PVC-PELLETS

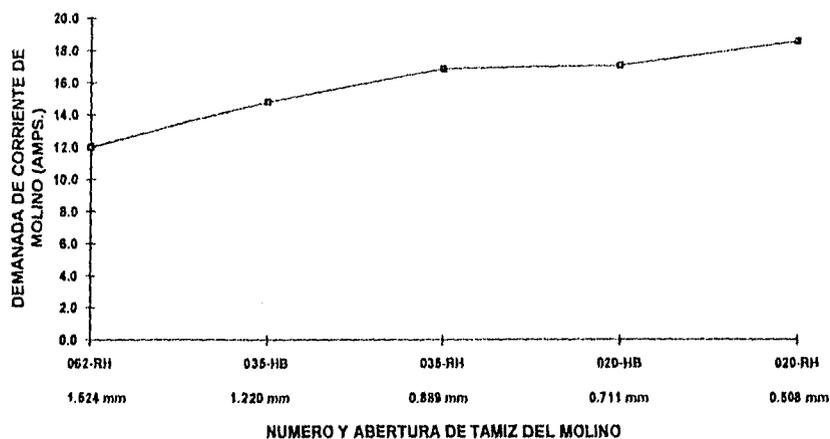


**FIGURA No.6 DIÁMETRO PROMEDIO DE PARTÍCULA RESPECTO AL TIPO Y NÚMERO DE TAMIZ DEL MOLINO PULVERIZADOR.**

Es indiscutible que los tamaños de partícula obtenidos en cada experimento están en función directa del tamaño de tamiz del molino utilizado como lo muestra esta figura. Se observa que con los tamaños de tamices 020 HB Y 035 RH se obtuvo un tamaño de partícula promedio similar, comprobándose el mismo fenómeno para los tamices 035 HB y 062 RH, esto demuestra que es posible utilizar tamices del tipo HB con un tamaño de perforación inferior a los tamices del tipo RH, esto se debe como se observa en la figura a que el área disponible de tamizado es superior en los tamices tipo HB cuando el número de tamiz es el mismo.

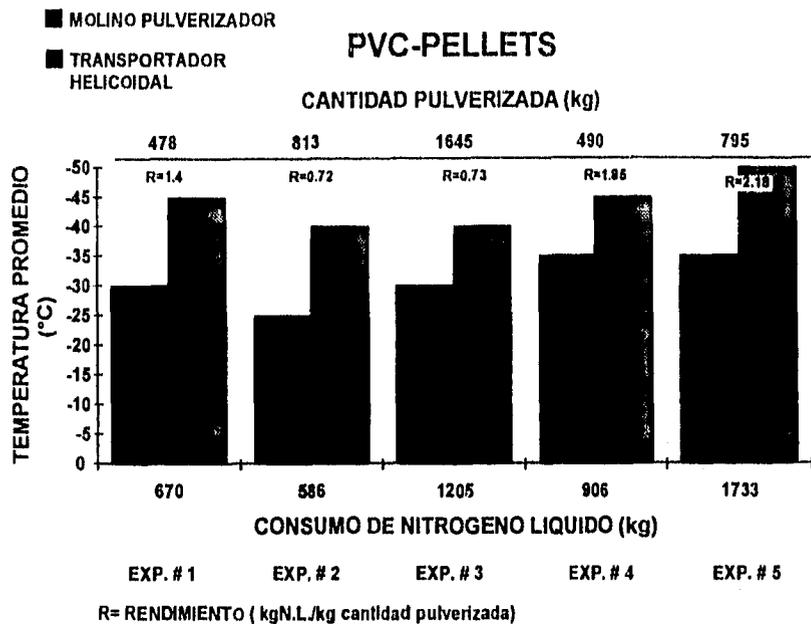
Un factor importante que define el tipo de tamiz a utilizar es la presentación del material a pulverizar y a este respecto es recomendable utilizar un tamiz de tipo HB cuando la presentación del material es esférica o en forma de trozos. En el caso específico del PVC-Pellets cualquiera de los dos tipos de tamices fue funcional puesto que el aspecto físico de las partículas después del pulverizado presentó características en forma esferas, ligeramente mas irregulares cuando se utilizaron los tamices tipo HB.

## PVC-PELLETS



**FIGURA No.7 DEMANDA DE CORRIENTE EN EL MOLINO PULVERIZADOR CON RESPECTO AL TIPO DE TAMIZ UTILIZADO EN EL MOLINO.**

La demanda de corriente es un factor de suma importancia cuando se escala a mayores dimensiones el equipo. Esta variable está en función del número y tipo de tamiz utilizado, un tamiz con orificios pequeños implica mayor demanda de energía eléctrica en el molino, como lo muestra la figura No.7. El tamiz 062-RH al presentar una mayor superficie de tamizado, permite que las partículas pulverizadas salgan con mayor facilidad del seno del molino, lográndose con esto un consumo más bajo de corriente. Caso contrario ocurre por ejemplo en el caso del tamiz 020-RH cuyas perforaciones más pequeñas y circulares hacen que la demanda de corriente sea mayor, obteniéndose por contraparte tamaños de partículas más pequeños.



**FIGURA No.8 CONSUMO DE NITRÓGENO LÍQUIDO RESPECTO A LA TEMPERATURA PROMEDIO EN EL MOLINO PULVERIZADOR Y EN EL TRANSPORTADOR HELICOIDAL.**

En esta figura observamos dos relaciones muy interesantes, la primera de ella es la temperatura promedio del molino y del transportador helicoidal con el consumo total de nitrógeno líquido en cada uno de los experimentos y la segunda es el rendimiento de cada experimento (R), que lo obtenemos de la división del consumo de nitrógeno líquido entre la cantidad pulverizada.

Partiendo de esto se observa que en los experimentos 4 y 5 las temperaturas del molino y transportador se mantuvieron más bajas respecto al resto de experimentos, lo que significa que el consumo de nitrógeno fué mayor para estos casos. Si comparamos los experimentos No.1 y 4 en donde se partió de cantidades de material a pulverizar casi iguales, el consumo de nitrógeno líquido en el experimento No.4 fué mayor dado que la temperatura promedio utilizada en el molino fué más baja.

La misma situación encontramos si comparamos los experimentos No.2 y 3, en el histograma se observa que en el experimento No. 2 se pulverizó aproximadamente la mitad de material de lo que se pulverizó en el experimento 3, adicionalmente a esto la temperatura promedio del molino se incrementó en 5°C para el caso No.2 resultando esta

variación de condiciones en el proceso en un menor consumo de nitrógeno líquido para el experimento 2, manteniendo constante la temperatura en el transportador para los dos casos.

Por lo tanto respecto a este punto podemos decir que el consumo de nitrógeno en cada experimento es directamente proporcional a la temperatura promedio seleccionada en el molino pulverizador, siempre y cuando las cantidades a pulverizar sean aproximadamente las mismas.

La segunda observación relevante de esta figura es el resultado que se obtiene como rendimiento de cada experimento y particularizando en el experimento No. 2, este arroja un rendimiento de 0.72 Kg. de nitrógeno líquido consumidos para pulverizar 1 kg. de pellets de PVC, siendo éste el mejor rendimiento para los experimentos de PVC-Pellets y por el contrario el experimento No. 5 el más bajo con 2.18 Kg de N.L./ Kg. de PVC pulverizado, esto debido a la condición de temperatura promedio de -50 °C manejada en el transportador, condición que provocó "atascamientos" en este equipo, los cuales fueron originados por el exceso de nitrógeno líquido, lo que se observó en esta situación fue que el material plástico alcanzó una temperatura tan baja que se "aglomeró" formandose una estructura muy rígida que fué imposible moverla a través del transportador. Este descenso de temperatura por debajo de la promedio fué controlado automáticamente por el sistema de suministro de nitrógeno líquido evitando que el material continúe enfriándose aún más. Este fenómeno implica esperar a que el material plástico incremente su temperatura para posteriormente desalojarlo del transportador.

Esta condición se traduce finalmente en un bajo rendimiento y baja velocidad de pulverizado.

De esta observación se concluye que la temperatura óptima de operación del transportador helicoidal a la cual los Pellets de PVC se vuelven frágiles y susceptibles a cualquier impacto es de -40°C, temperatura a la cual también se obtiene un rendimiento muy aceptable y una alta velocidad de pulverizado.

El tamaño de partícula promedio obtenido en los experimentos No. 2 y 3 difiere debido sobre todo al cambio de tamiz en el molino y al decremento en 5° C en la temperatura del molino en el experimento No.3.

Existe otro punto más de análisis muy interesante en el caso específico de los experimentos 2 y 3, que es la velocidad de pulverizado, esta variable para el caso del experimento 3 fué la más alta, se esperaba mantener ó superar este valor, las bajas velocidades obtenidas en los demás experimentos fue ocasionada por atascamientos en el molino originados por incrementos súbitos de temperatura del material en el interior de este equipo. Por lo tanto respecto a este punto se observó que a temperaturas superiores a -25°C en el molino se provocan interrupciones en el proceso de pulverizado originando bajas velocidades, altos rendimientos que se traduce en altos consumos de nitrógeno e inclusive altos consumos de energía eléctrica.

variación de condiciones en el proceso en un menor consumo de nitrógeno líquido para el experimento 2, manteniendo constante la temperatura en el transportador para los dos casos.

Por lo tanto respecto a este punto podemos decir que el consumo de nitrógeno en cada experimento es directamente proporcional a la temperatura promedio seleccionada en el molino pulverizador, siempre y cuando las cantidades a pulverizar sean aproximadamente las mismas.

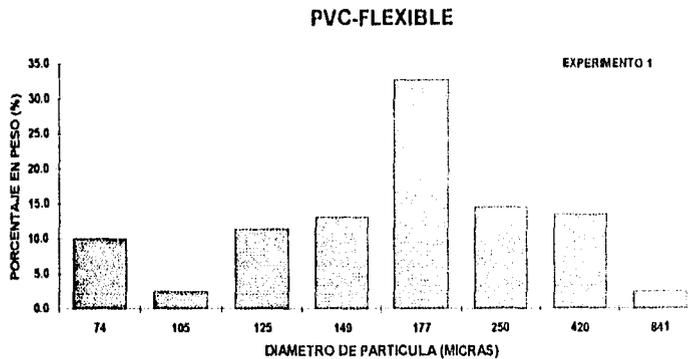
La segunda observación relevante de esta figura es el resultado que se obtiene como rendimiento de cada experimento y particularizando en el experimento No. 2, este arroja un rendimiento de 0.72 Kg. de nitrógeno líquido consumidos para pulverizar 1 kg. de pellets de PVC, siendo éste el mejor rendimiento para los experimentos de PVC-Pellets y por el contrario el experimento No. 5 el más bajo con 2.18 Kg de N.L./ Kg. de PVC pulverizado, esto debido a la condición de temperatura promedio de  $-50^{\circ}\text{C}$  manejada en el transportador, condición que provocó "atascamientos" en este equipo, los cuales fueron originados por el exceso de nitrógeno líquido, lo que se observó en esta situación fue que el material plástico alcanzó una temperatura tan baja que se "aglomeró" formandose una estructura muy rígida que fué imposible moverla a través del transportador. Este descenso de temperatura por debajo de la promedio fué controlado automáticamente por el sistema de suministro de nitrógeno líquido evitando que el material continuará enfriándose aún más. Este fenómeno implica esperar a que el material plástico incremente su temperatura para posteriormente desalojarlo del transportador.

Esta condición se traduce finalmente en un bajo rendimiento y baja velocidad de pulverizado.

De esta observación se concluye que la temperatura óptima de operación del transportador helicoidal a la cual los Pellets de PVC se vuelven frágiles y susceptibles a cualquier impacto es de  $-40^{\circ}\text{C}$ , temperatura a la cual también se obtiene un rendimiento muy aceptable y una alta velocidad de pulverizado.

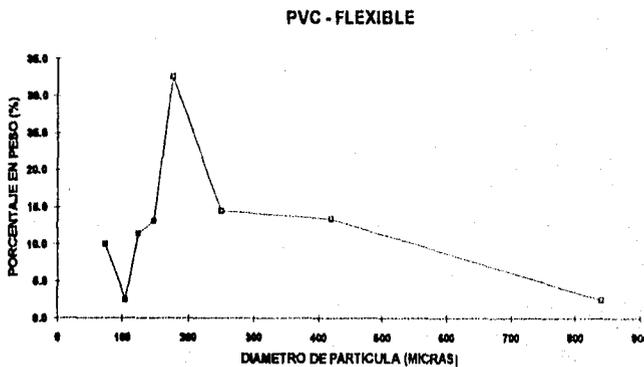
El tamaño de partícula promedio obtenido en los experimentos No. 2 y 3 difiere debido sobre todo al cambio de tamiz en el molino y al decremento en  $5^{\circ}\text{C}$  en la temperatura del molino en el experimento No.3.

Existe otro punto más de análisis muy interesante en el caso específico de los experimentos 2 y 3, que es la velocidad de pulverizado, esta variable para el caso del experimento 3 fué la más alta, se esperaba mantener ó superar este valor, las bajas velocidades obtenidas en los demás experimentos fue ocasionada por atascamientos en el molino originados por incrementos súbitos de temperatura del material en el interior de este equipo. Por lo tanto respecto a este punto se observó que a temperaturas superiores a  $-25^{\circ}\text{C}$  en el molino se provocan interrupciones en el proceso de pulverizado originando bajas velocidades, altos rendimientos que se traduce en altos consumos de nitrógeno e inclusive altos consumos de energía eléctrica.



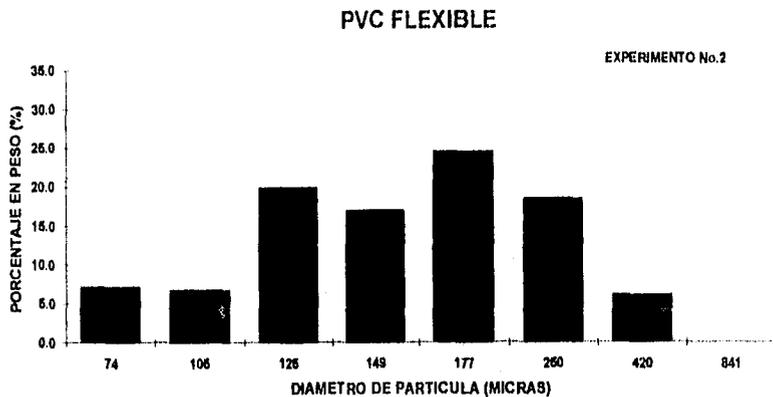
**FIGURA No.9 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTICULAS CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO No.1.**

En este experimento en particular se contó únicamente con 38 Kg de PVC a pulverizar con los cuales se obtuvo esta distribución bimodal, en donde el tamaño promedio de partículas fue de 215 micras. Un alto porcentaje de partículas con tamaño de 74 micras correspondiente aproximadamente a un 10% de la muestra se generó como resultado de instalar el tamiz 020-HB en el molino, cuya área de tamizado equivalente a 0.711 mm originó la formación de polvos finos. Por ésta razón consideramos como único máximo el representado por el 32.6 % de partículas con tamaño de 177 micras. En el histograma se observa que aproximadamente el 70 % de la muestra tiene un diámetro de partícula inferior al promedio. Otro punto de análisis que se observa en la figura 9a. es el considerable porcentaje correspondiente al 30 % de partículas con tamaños superiores al promedio, los cuales se generaron por la forma alargada de las perforaciones del tamiz del molino.



**FIGURA 9a. CURVA DE DISTRIBUCIÓN LINEAL DEL TAMAÑO DE LAS PARTICULAS DEL EXPERIMENTO No. 1**

ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA



**FIGURA No.10 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO No.2.**

Las condiciones de operación se modificaron para este experimento con la finalidad de obtener partículas más pequeñas y una distribución más simétrica, para ello se instaló en el molino el tamiz 032 con perforaciones circulares el objetivo fué evitar el paso de las partículas de delgado espesor de PVC-flexible las cuales provocaron como en el experimento anterior que se obtuviera un porcentaje considerable de este tamaño de partículas, debido a que se había instalado un tamiz con perforaciones alargadas (HB).

Adicionalmente a la modificación del tamiz, también se disminuyó en 5° C la temperatura en el molino para obtener partículas de diámetros menores. El histograma muestra un comportamiento bimodal que se observa en la figura 10 y 10a, el primer régimen de datos correspondiente al 24.5 % de partículas de tamaño de 177 como máximo arroja un valor de media de 174.3 y una desviación estandar de 67.15, mientras que el segundo régimen con un máximo de 19.9 % de partículas con tamaño de 125 micras tuvo como valor medio 123.13 y desviación estandar 24.95 sinónimo de una extensa gama de tamaños de partícula. Resultados que podemos decir se obtuvieron como consecuencia del cambio de condiciones mencionadas anteriormente.

### PVC - FLEXIBLE

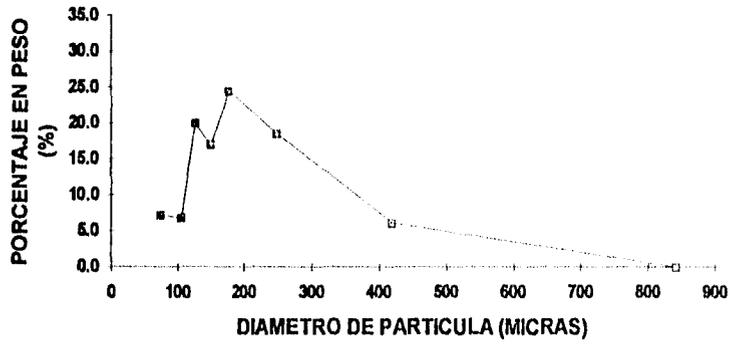


FIGURA 10a. CURVA DE DISTRIBUCIÓN LINEAL DEL TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DEL EXPERIMENTO No. 2

### PVC FLEXIBLE

EXPERIMENTO No. 3

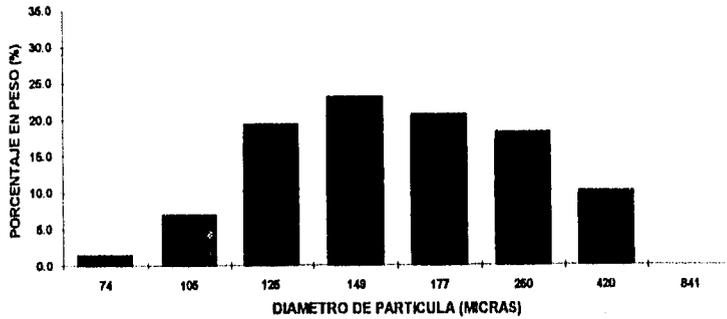


FIGURA No.11 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO No.3.

La distribución de partículas para este experimento como se puede observar es simétrica. El mayor porcentaje obtenido corresponde a partículas con un diámetro de 149 micras y el valor promedio obtenido fué de 191.7, por lo que existe una mayor contribución de partículas de menor diámetro con respecto al valor promedio. El valor de desviación estandar fué de 89.59, que como se observa en la figura 11a representa una gran variación de tamaños de partícula.

Bajo las condiciones de operación establecidas se logró obtener una mayor cantidad de partículas con diámetro más reducido como resultado del cambio de tamiz (035-RH) y la disminución de temperatura tanto en el transportador helicoidal (-45° C) y molino (-30° C).

### PVC - FLEXIBLE

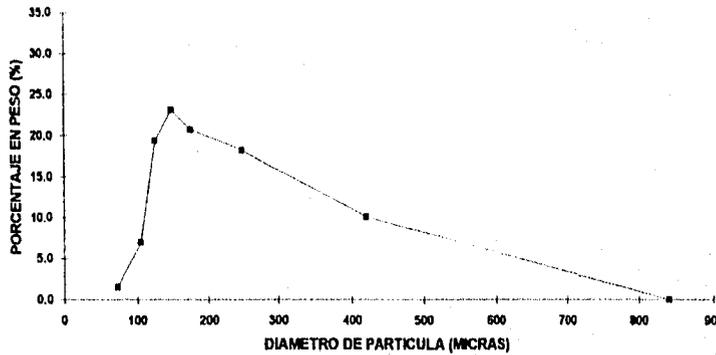


FIGURA 11a. CURVA DE DISTRIBUCIÓN LINEAL DEL TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DEL EXPERIMENTO No. 3

### PVC FLEXIBLE

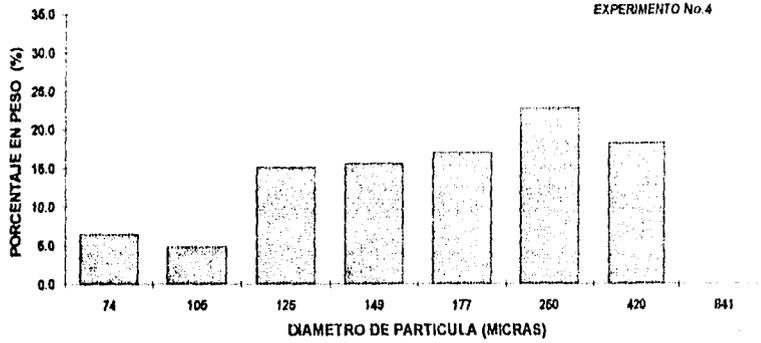


FIGURA No.12 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO No.4.

El cambio de tamiz en el molino pulverizador por uno con orificios más grandes (062-RH) originó esta distribución no simétrica en la que se observan porcentajes muy similares para diferentes tamaños de partícula. La figura 12a muestra que la mayor contribución (22.7 %) la aportan partículas con un diámetro de 250 micras (malla 60). El valor promedio calculado para este experimento fue de 215.35 y la desviación estandar fué de 108.7 esto nos indica una menor variabilidad en los resultados obtenidos.

### PVC - FLEXIBLE

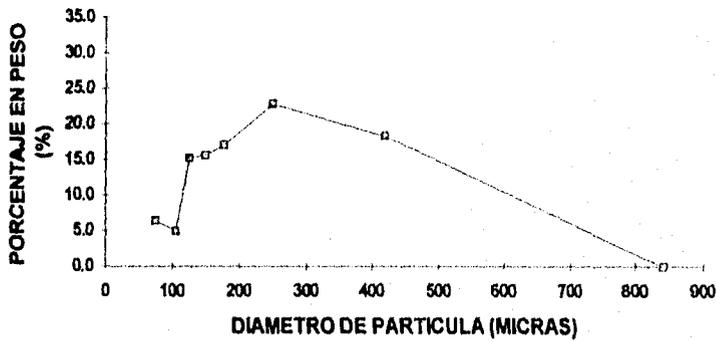


FIGURA 12a. CURVA DE DISTRIBUCIÓN LINEAL DEL TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DEL EXPERIMENTO No. 4

PVC FLEXIBLE

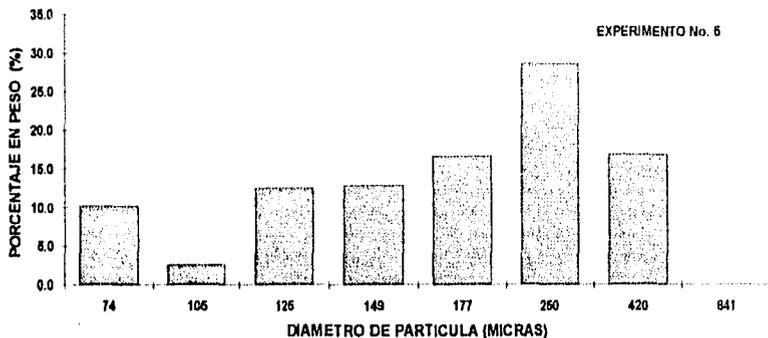


FIGURA No.13 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULAS CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO No.5.

En las tablas 5.3 y 5.4 de este capítulo se puede observar que las condiciones de operación de los experimentos No. 4 y 5 de PVC-Flexible son muy similares tanto en cantidad pulverizada como en tamiz de molino no así en la temperatura promedio del transportador, la cual se disminuyó lográndose obtener mediante esta variación una mayor cantidad de partículas con diámetro de 74 micras. Se mantuvo una distribución no simétrica desviada hacia la derecha típica de los experimentos donde se instaló el tamiz 062-RH. El valor de moda fue también 250 micras (malla 60) igual que el experimento anterior y la desviación estandar calculada fué de 108.06.

PVC - FLEXIBLE

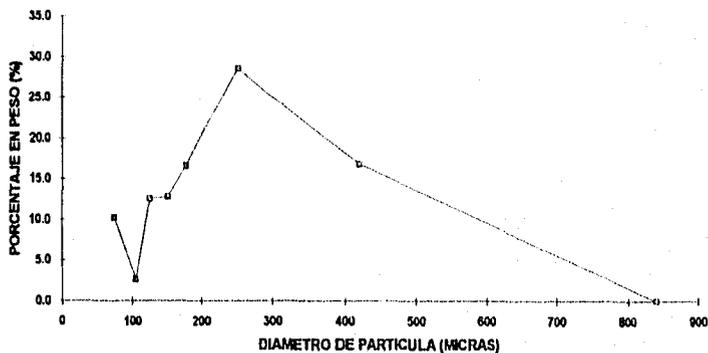


FIGURA 13a. CURVA DE DISTRIBUCIÓN LINEAL DEL TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS DEL EXPERIMENTO No. 5

## PVC FLEXIBLE

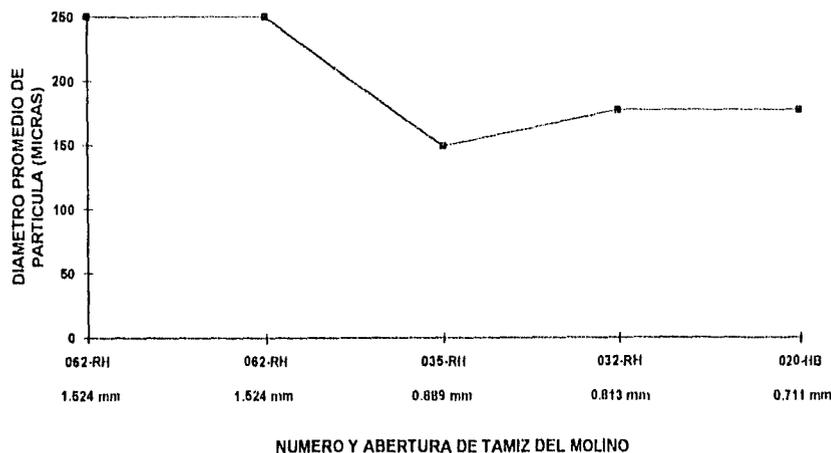


FIGURA No.14 DIÁMETRO PROMEDIO DE PARTÍCULA RESPECTO AL TIPO Y NÚMERO DE TAMIZ DEL MOLINO PULVERIZADOR.

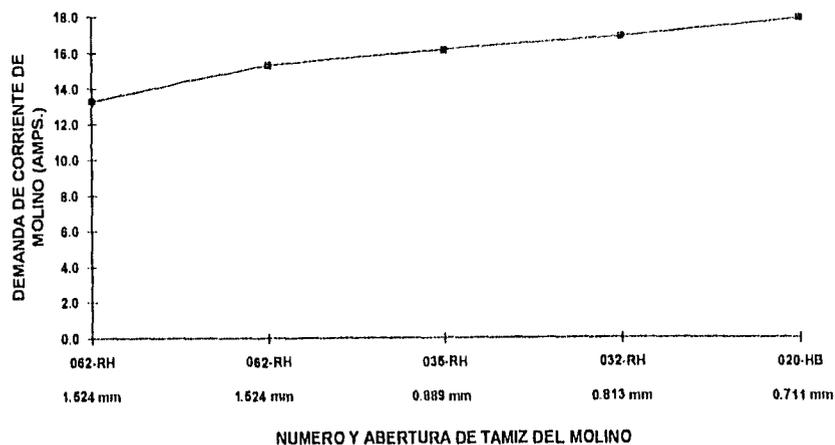
Nuevamente se comprueba para el caso de PVC Flexible que el porcentaje de partículas con diámetros reducidos está en función del tamaño y tipo de tamiz utilizado en el molino.

Podríamos generalizar para todos los experimentos que a mayor tamaño de tamiz del molino mayor será el tamaño promedio de partícula obtenido siempre y cuando la forma de las perforaciones de los tamices sea la misma. Para el caso de los tamices de forma HB (Herring Bone) el área de tamizado es mayor, por lo tanto con menores tamaños se obtendrán tamaños equivalentes a los de un tamaño mayor en la forma RH (Round Hole).

En el caso específico del PVC-Flexible en el que las características físicas iniciales del plástico son pequeñas películas delgadas e irregulares, fué debido a que este tipo de tamiz favorece el paso de partículas con características alargadas y delgadas, como es el caso de la presentación flexible.

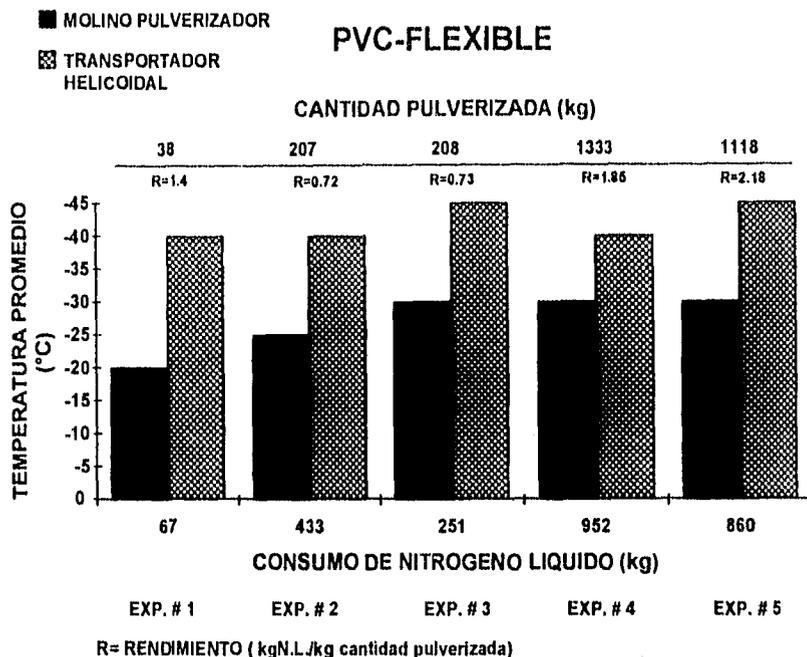
La premisa anteriormente descrita se cumple siempre y cuando las temperaturas promedio en los equipos permanecen constantes, ya que como se observó anteriormente cuando éstas se reducen se obtienen tamaños de partícula más pequeños, como es el caso del experimento # 3 de esta presentación en el que se manejaron  $-30^{\circ}\text{C}$  y  $-45^{\circ}\text{C}$  en el molino y transportador respectivamente y el tamiz utilizado fué un 035-RH.

### PVC FLEXIBLE



**FIGURA No.15 DEMANDA DE CORRIENTE EN EL MOLINO PULVERIZADOR CON RESPECTO AL TIPO DE TAMIZ UTILIZADO EN EL MOLINO.**

Respecto a la demanda de energía eléctrica en el molino del pulverizador la figura muestra el mismo comportamiento que para la presentación de PVC en Pellets y por lo tanto se puede concluir que a menores tamaños de partícula obtenidos en el pulverizado mayor es el consumo de energía eléctrica y viceversa.



**FIGURA No.16 CONSUMO DE NITRÓGENO LÍQUIDO RESPECTO A LA TEMPERATURA PROMEDIO EN EL MOLINO PULVERIZADOR Y EN TRANSPORTADOR HELICOIDAL.**

El análisis de esta figura demuestra como primer punto la importancia que tiene la cantidad de material a pulverizar, éste variable representa mayor ventaja en aquellos experimentos donde la cantidad de material rebasa los 500 kg., ya que experimentalmente se comprobó que es en estas pruebas donde el proceso se desarrolla de una manera más continua alcanzándose condiciones de temperatura muy estables que se traducen en bajos consumos de nitrógeno líquido y altas velocidades de pulverizado, además es posible realizar cualquier ajuste durante la corrida. Esto se demuestra en los experimentos 4 y 5 de esta presentación donde se lograron obtener rendimientos de 0.71 y 0.77 kg de N.L./ kg de producto pulverizado respectivamente.

En el caso del experimento No. 4 se logró optimizar el consumo de nitrógeno líquido sobre cualquiera de los demás experimentos, manejándose las mismas temperaturas que en el experimento No.3 de pellets de PVC.

La finalidad de incrementar la temperatura del molino en el experimento No.1 tuvo como objetivo reducir el consumo de N.L., desafortunadamente la poca cantidad de PVC no fue favorable para la obtención de mejores resultados.

En el experimento No. 2 se instaló en el molino el tamiz 032-RH que es ligeramente más cerrado que el tamiz 035-RH. Se utilizó aproximadamente la misma cantidad de producto a pulverizar con respecto al experimento No.3, la diferencia está en que el experimento No. 2 se consumió más nitrógeno líquido, la demanda de corriente fue ligeramente mayor y la velocidad de pulverizado fue también mayor, todas estas variables se vieron afectadas de esta forma debido a sobrecargas continuas en el molino provocadas por la siguiente razón, que con el propósito de verificar el comportamiento del experimento se realizó. Se incremento la presión del tanque de almacenamiento a 3 Kg./cm<sup>2</sup> (42.7 Psig). Esta condición originó que el exceso de presión, arrastrara mayor cantidad de material del transportador hacia el molino y por lo tanto sobrecargarlo de manera intermitente.

Finalmente se concluye de esta figura que para este tipo de presentación de PVC las temperaturas de operación que mejor resultado dieron para el molino y transportador son: -30°C y -40°C respectivamente y en base a estas condiciones el rendimiento del proceso obtenido es aceptable.

**DISTRIBUCIONES DE TAMAÑOS DE PARTICULA ACUMULATIVAS  
PVC-PELLETS**

RETENIDO EN MALLA	MICRAS	EXPERIMENTO No. 1	EXPERIMENTO No.2	EXPERIMENTO No.3	EXPERIMENTO No.4	EXPERIMENTO No.5
		<b>% PESO</b>	<b>% PESO</b>	<b>% PESO</b>	<b>% PESO</b>	<b>% PESO</b>
200	74	4.0	3.0	3.8	4.2	16.2
150	105	7.5	8.2	7.8	13.3	53.2
115	125	14.9	18.2	39.3	47.6	75.3
100	149	35.2	33.7	62.7	70.9	83.3
80	177	59.8	53.2	76.8	85.8	94.8
60	250	90.3	87.2	89.8	95.8	97.6
35	420	100.0	99.0	100.0	98.0	100.0
20	841	0.0	100.0	0.0	100.0	0.0
TEMPERATURA DE OPERACION DEL MOLINO		-30°C	-25°C	-30°C	-35°C	-35°C
TEMPERATURA DE OPERACION DEL TRANSPORTADOR		-45°C	-40°C	-40°C	-45°C	-50°C

TABLA 5.5

**PVC FLEXIBLE**

RETENIDO EN MALLA	MICRAS	EXPERIMENTO No. 1	EXPERIMENTO No.2	EXPERIMENTO No.3	EXPERIMENTO No.4	EXPERIMENTO No.5
		<b>% PESO</b>	<b>% PESO</b>	<b>% PESO</b>	<b>% PESO</b>	<b>% PESO</b>
200	74	10.0	7.2	1.5	6.5	10.2
150	105	12.5	14.0	8.5	11.4	12.8
115	125	23.9	33.9	27.9	26.5	25.3
100	149	37.0	50.9	51.0	42.1	38.1
80	177	69.6	75.4	71.7	59.1	54.7
60	250	84.1	93.9	69.9	81.8	83.5
35	420	97.5	100.0	100.0	100.0	100.0
20	841	100.0	0.0	0.0	0.0	0.0
TEMPERATURA DE OPERACION DEL MOLINO		-20°C	-25°C	-30°C	-30°C	-30°C
TEMPERATURA DE OPERACION DEL TRANSPORTADOR		-40°C	-40°C	-45°C	-40°C	-45°C

TABLA 5.6

## PVC-PELLETS

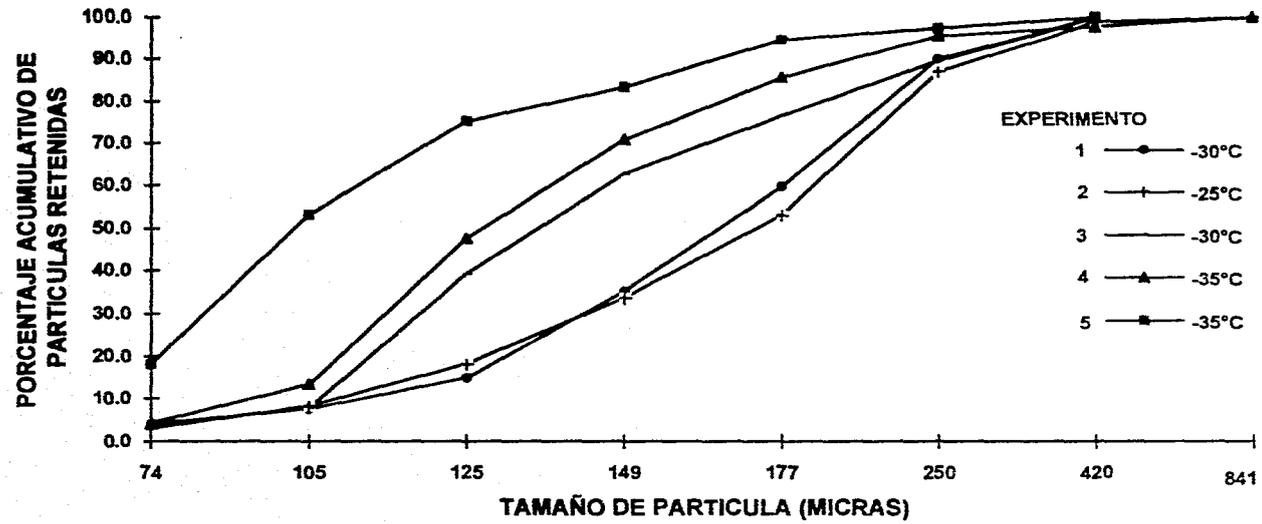


Figura No. 17 DISTRIBUCION DEL TAMAÑO DE PARTICULA EN FUNCION PARA VARIAS TEMPERATURAS DE OPERACION DEL MOLINO PULVERIZADOR

## PVC FLEXIBLE

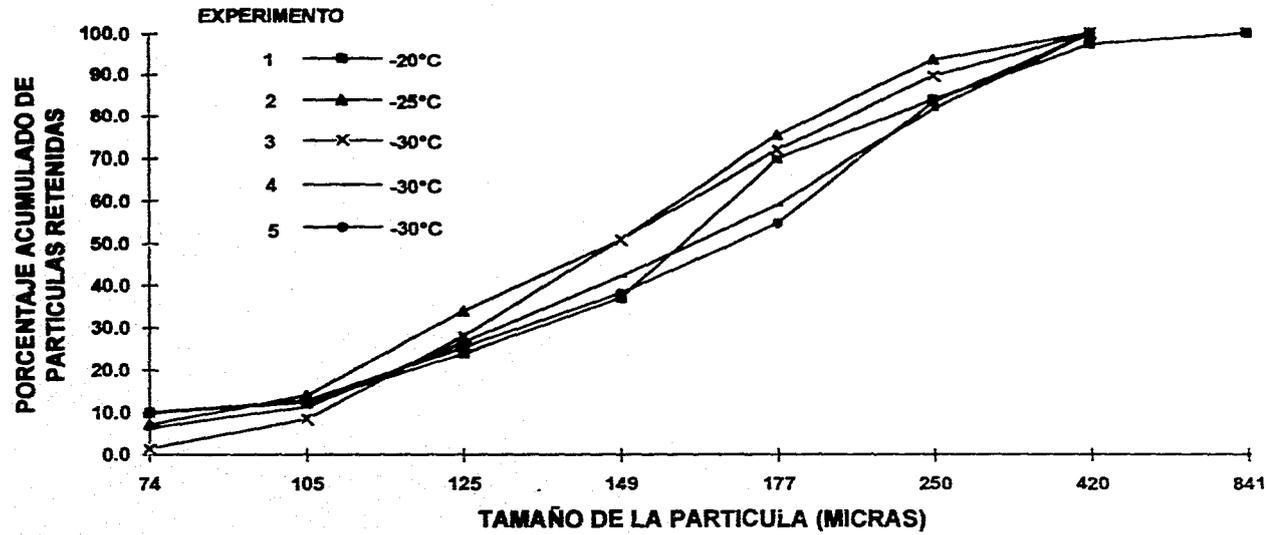


Figura No. 18 DISTRIBUCION DEL TAMAÑO DE PARTICULA EN FUNCION PARA VARIAS TEMPERATURAS DE OPERACION DEL MOLINO PULVERIZADOR

A continuación se describe el comportamiento de las curvas contenidas en las figuras No. 17 y 18.

En el análisis de la figura No 17 observamos claramente la importancia que tiene la temperatura del molino pulverizador en el tamaño de la partícula. Para los dos primeros experimentos observamos poca definición debido a que las distribuciones de partícula de ambos experimentos son muy similares. Si analizamos en la tabla 5.5. las distribuciones acumulativas de partículas, observamos en la columna correspondiente al experimento No. 2 que únicamente para los tamaños de partícula de 105 y 125 micras los porcentajes son superiores a los del experimento No. 1, ésta desviación posiblemente fué originada por la temperatura en el transportador helicoidal que fué de  $-45^{\circ}\text{C}$  para el experimento No.1 y de  $-40^{\circ}\text{C}$  para el experimento No. 2. Los experimentos No. 3, 4 y 5 muestran un comportamiento en el cual a medida que la temperatura decrece los porcentajes acumulativos de partícula acumulativos incrementan, esto se puede observar claramente en la tabla 5.5. Por lo tanto se puede concluir para este tipo de presentación de PVC que a menor temperatura en el molino pulverizador menores tamaños de partícula producidos.

En lo que respecta al análisis de la figura No. 18, esperaríamos que el comportamiento de los resultados para esta presentación de PVC fuera similar al anterior, pero se observa que no es así. De acuerdo a las distribuciones acumulativas de partículas de la tabla 5.6. observamos que en el experimento No. 2 fué donde se obtuvieron mayores porcentajes acumulativos para los diferentes tamaños de partícula, resultados que se obtuvieron utilizando el tamiz 032-RH. Se observa además que la curva correspondiente a este experimento esta 4 puntos por encima de cualquiera de los demas experimentos y no precisamente corresponde al experimento con la temperatura más baja manejada en el molino. Problemas de "atascamiento" en molino y transportador posiblemente originaron este comportamiento en las curvas.

En segundo termino podemos observar que la curva correspondiente al experimento No. 3 representa al igual que el caso No. 5 a los experimentos en los cuales la temperatura del molino pulverizador fué la más baja, en este último caso, podemos decir que este comportamiento se debió como se mencionó anteriormente a problemas de "atascamientos" en el molino y transportador que se presentaron durante el desarrollo del experimento.

## CAPITULO 6 CONCLUSIONES.

1. A través del desarrollo de los experimentos, se han logrado conocer algunas condiciones de operación del pulverizado criogénico para el polímero de PVC en las presentaciones de Pellets y Película Flexible, las cuales han permitido obtener un tamaño de partícula promedio de 250 micras, el cual ha cubierto algunas expectativas esperadas por las compañías proveedoras del polímero, estas condiciones fueron:

VARIABLES DE OPERACIÓN	PVC-PELLETS	PVC-FLEXIBLE
Temperatura promedio en Molino	-25° C	-30° C
Temperatura promedio en Transportador	-40° C	-40° C
Velocidad promedio en Transportador	12.8 rpm	42 rpm
Tamaño promedio de partícula al entrar al proceso.	9.52 mm de Diám. 3.17 mm de Espesor	40.3 mm <sup>2</sup> Area 1.58 mm Espesor
Tamaño promedio de partícula al salir del proceso.	250 micras	250 micras
Tamiz de molino	035-HB	062-RH
Número de malla en criba vibratoria	35	35
Presión en Tanque de Almacenamiento	1.5 kg/cm <sup>2</sup>	1.5 kg/cm <sup>2</sup>

Cualquier modificación de las condiciones descritas arriba influirá significativamente en el tamaño de partícula de salida, velocidad de pulverizado y rendimiento de nitrógeno.

2. Con base en las condiciones del punto anterior los mejores resultados obtenidos correspondieron a los experimentos 2 de PVC-Pellets y 4 de PVC-Flexible respectivamente

	PVC-PELLETS	PVC-FLEXIBLE
Velocidad de pulverizado (kg/min)	3.21	3.81
Rendimiento (kg N.L./kg Producto)	0.72	0.71

Resultados experimentales realizados con este polímero en los Estados Unidos han arrojado valores de rendimiento de 0.5 a 0.7 kg N.L./kg producto pulverizado, calculando el porcentaje de desviación obtenemos 2.8 % para el caso de PVC-Pellets y 1.4 % para PVC-Flexible esto indica que es posible obtener rendimientos más bajos, lo que permite hacer más factible económicamente el proceso de reciclado criogénico.

De este comparativo es importante aclarar que cualquier resultado de los indicados arriba depende del equipo y tamaño de partícula deseado.

3. Se demostró que un factor importante que influye en la obtención de resultados efectivos y contundentes es la cantidad de material utilizada en los experimentos. Puesto que cantidades inferiores a 500 kg. demuestran como en el caso de los experimentos No. 1,2 y 3 de PVC-Flexible que existe una mínima posibilidad de mantener estable el proceso, cuando se presentan perturbaciones de temperatura, altas o bajas velocidades en el transportador, presiones superiores a 2.0 kg/cm<sup>2</sup> en el tanque de almacenamiento, etc.

Estas desviaciones en las variables de proceso mencionadas en el punto 1 tendrán como resultado: bajas velocidades de pulverizado, consumos altos de nitrógeno líquido y distribuciones de partícula muy dispersas.

La cantidad de material a pulverizar dependió en su totalidad de las compañías interesadas en el proceso de reciclado.

4. Teóricamente podríamos decir que el tamaño de partícula depende de factores como: la velocidad del rotor del molino, tipo y tamaño del tamiz, tipo y tamaño de martillos, posición de la pantalla de impacto, entre otras que finalmente corresponden al diseño del equipo, siendo estos factores invariables en este estudio. Pero experimentalmente se demostró que los parámetros de operación como son: la temperatura de enfriamiento en el transportador helicoidal y el tamaño y tipo de tamiz en el molino y por consiguiente el tiempo de retención de la partícula en el molino modifican sustancialmente las características finales del producto.

5. Una de las ventajas del pulverizado criogénico como ya se indicó con anterioridad es el poder controlar hasta cierto punto el tamaño de partícula a través del control de temperaturas, por lo que es interesante mencionar que temperaturas de enfriamiento por debajo de los -40° C ocasionarán "atascamientos" en el transportador e inclusive en el molino.

6. Sin duda se buscó a través de la etapa experimental obtener el tamaño de partícula idóneo para las aplicaciones requeridas por los interesados en el proceso y se encontró que el tamaño de partícula obtenido tiene características y especificaciones similares a las de un polímero virgen:

Distribución del tamaño de partículas	PVC-Virgen	PVC-Reciclado por Molienda Criogénica.
Retenido en malla 60 (250 micrones)	5 % máx	5.2 %
Retenido en mallas 80, 100, 115 y 150	80 % máx	76.6 %
A través de malla 150 (105 micrones)	15 % máx	18.2%
Retenido en malla 200 (74 micrones)	12 % máx	18.2 %
En charola	3 % máx	0 %

7. Es indudable que el mayor costo de operación del proceso de reciclado criogénico lo representa el costo de nitrógeno líquido con aproximadamente el 70 % de todos los costos estimados de operación, por lo tanto es muy importante mantener rendimientos inferiores a 0.5 kg de nitrógeno líquido por kg de material pulverizado, de esta manera la operación deberá estar enfocada a la reducción máxima en el consumo de este servicio. Aproximadamente el 15 % corresponde a costos de personal laborable de la planta, 5 % a costos de energía eléctrica y el 10 % restante a costos de mantenimiento, servicios y de administración.

## BIBLIOGRAFIA:

- 1.- Robert H. Perry y Cecil H. Chilton, *Manual del Ingeniero Químico*, 5ta. Edición. Volumen I y II, Editorial McGraw Hill. México, 1991.
- 2.- Paul G. Hoel, *Estadística Elemental*, 8va. Impresión, Ed. C.E.C.S.A., México, 1991.
- 3.- Mark, Bikales. *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, Vol 14 y 17. Ed. John Wiley and Sons, Inc. Second Edition. New York, U.S.A, 1989.
- 4.- *Plastics Recycling As A Future Business Oportunity. Technology Exchange Program: Recycling Plastic II*, Technomic Publishing Co. June 18-19. Washington, D.C. U:S:A., 1988.
- 5.- *Documento promocional sobre PVC*. Asociación Nacional de la Industria Química A.C. (ANIQ). México, 1988.
- 6.- Ernesto Ureta Barrón. *Estabilizadores Térmicos y Otros Aditivos para PVC*. 1a. Edición, Ed. Limusa,S.A. de C.V. México, 1989.
- 7.- Donald F. Othmer y Raymond E. Kirk. *Enciclopedia de la Tecnología Química*, Volumen 10, 1a Edición. Ed.Hispano Mexicana (UTEHA). México, 1982.
- 8.- Wolfgang Gerhartz, Y. Stephen Yamamoto y Lydia Kaudy. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 5a. edición, Volumen A-10, VCH. Federal Republic of Germany, 1982.
- 9.- Walter E. Driver, *Química y Tecnología de los Plásticos*. 1a Edición, Ed. C.E.C.S.A., México,1982.
- 10.- Frados Joel, *Plastics Engineering Handbook of the Society of the Plastics Industry*, Inc. 4a. Edición, Ed. Van Nostrand Reinhold. New York, U.S.A., 1976.
- 11.- Ferdinand Rodríguez. *Principios de Sistemas de Polímeros*. 1a. Edición. Ed. El Manual Moderno, S.A. de C.V., México. 1984.
- 12.- Irvin I. Rubin, *Handbook of Plastic, Materials and Technology*, John Wiley & Sons, Inc. New York, U.S.A.,1979.
- 13.- G.Bocato, A.Rigo, G. Talamini, and F. Zilio-Grandi. *Makromol Chem.* 108, 218. 1967.
- 14.- G.Pezzin. *Plastic Polym.* 37, 295.1969.
- 15.- F.P.Reding, E.R.Walter, and F.J.Welch. *Journal Polym. Sci.* 56, 225,1962,

- 16.- Leonard I. Nass and Charles A. Heiberger. Encyclopedia of PVC, 2nd Edition. Vol 1 y 2, Ed. Marcel Dekker, Inc. New York, U.S.A., 1986.
- 17.- Charles A. Harper. Handbook of Plastics and Elastomers. Westinghouse Electric Corporation, McGraw-Hill Book Company. Baltimore, Maryland. U.S.A: 1975.
- 18.- Ernesto Ureta Barrón, Polimeros, Estructura, Propiedades y Aplicaciones. 1a Edición Ed. Limusa. México 1989.
- 19.- B.A. Hands. Cryogenic Engineering. Ed. Academic Press. Orlando, Florida U.S.A., 1986.
- 20.- Joseph H. Bell, Cryogenic Engineering. Ed. Prentice-Hall International Series, Englewood, LA, U.S.A., 1963.
- 21.- Rossell Burton Scott, Cryogenic Engineering. Ed. D. Van Nostrand Company, Inc. Princeton, New Jersey, U.S.A., 1967.
- 22.- A.W. Brand. Advances in Cryogenic Engineering. Cryogenic Engineering Conference. Air Products and Chemicals, Inc. Allentown, PA., U.S.A. 1982.
- 23.- Schwartzberg, F.R. and Osgood S.H., Cryogenic Materials Data Handbook. Research and Technology Division Air Force Systems Command., 1964.
- 24.- Norman R. Braton, Cryogenic Recycling and Processing. CRC Press, Inc. Boca Raton, Florida, U.S.A., 1980.
- 25.- Randall F. Barron, Cryogenic Systems. Ed. McGraw-Hill Book Company. New York, U.S.A., 1966.
- 26.- Robert W Vance, Applications of Cryogenics Technology, Vol. 2, Ed. Tinnon-Brown Inc. Los Angeles, California, U.S.A., 1970.
- 27.- Marshal Sittig, Cryogenics Research and Applications. Ed. D. Van Nostrand Company, Inc. Princeton, New Jersey, U.S.A., 1963.
- 28.- Patrick A. Toensmeier. "Granulators". Modern and Plastics International, March, 1992. pp.76.
- 29.- Información proporcionada por la División de Plásticos de Polycyd S.A. de C.V.
- 30.- A. Nakajima, H. Hamada, and S. Hayashi. Makromol Chem., 40, 90. 1966.
- 31.- G. Garbuglio, A. Rodella, G.C. Borsini, and E. Gallinella. Chim. Ind. Milán. Italia. 46, 166. 1964.

32. - Engineering Data, Cryogenics and Industrial Gases, May/Jun., 1973 pp. 66,68,70,72 y 73.
33. - Modern Plastics International, December, 1994, pag 85.