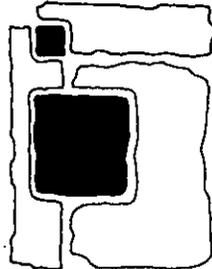


628.1233

C335

1993

R



FONTEC

FONDO NACIONAL
DE DESARROLLO
TECNOLOGICO
Y PRODUCTIVO



**FONDO NACIONAL DE DESARROLLO TECNOLÓGICO Y PRODUCTIVO
FONTEC - CORFO**

**TECNOLOGÍA DE OBTENCIÓN DE
PLÁSTICO EN POLIESTIRENO EN
PLANTA BATCH**

92 - 0064

OCTUBRE 1993

"Tecnologías de Obtención de Plásticos de Poliestireno en Planta Batch"

Empresa : Casas del Valle Barros Hnos. Ltda.

Entidad Ejecutora : INTEC - CHILE

Índice

pág.

1. Resumen Ejecutivo	1
2. Exposición del Problema.....	2
2.1 Justificación del Proyecto.....	2
2.1.1 Antecedentes Técnicos	3
2.1.2 Antecedentes Económicos	4
2.1.3 Tipo de Innovación Desarrollada.....	8
2.2 Objetivos Técnicos.....	9
3. Metodología.....	10
3.1 Investigación Bibliográfica.....	11
3.1.1 Poliestireno : Características y Propiedades	11
3.1.2 Métodos de Obtención de Poliestireno.....	14
3.1.3 Polimerización en Suspensión.....	16
3.1.4 Poliestireno de Alto Impacto	16
3.2 Desarrollo Experimental.....	18
3.2.1 Reacción de Polimerización	18
3.2.2 Obtención de Perlas Expandibles.....	23
3.3 Instalación Piloto.....	25
3.3.1 Lay-Out Planta de Plásticos de Poliestireno.....	27
3.3.2 Diseño de Reactor de Polimerización.....	27
3.3.3 Sistemas Auxiliares	29
3.4 Automatización y Control de Reactor Batch	30
3.5 Pruebas a Escala Piloto.....	32
3.6 Descontaminación de Efluentes.....	33
4. Plan de Trabajo.....	35
5. Resultados	39
5.1 Poliestireno de Alto Impacto (HIPS).....	39
5.1.1 Copolimerización de Injerto	39
5.1.2 Procesos de Obtención de Poliestireno de Alto Impacto.....	43
5.1.3 Polímeros Acrilonitrilo-Butadieno-Styrene (ABS).....	44
5.1.4 Comentarios	46

5.2	Desarrollo Experimental.....	48
5.2.1	Poliestireno de Uso General.....	52
5.2.2	Poliestireno Expandible.....	55
5.3	Diseño Reactor de Polimerización.....	56
5.3.1	Material de Construcción.....	56
5.3.2	Sistema de Agitación.....	56
5.3.3	Dimensionamiento.....	58
5.4	Descripción de la Planta Piloto.....	68
5.4.1	Lay-Out de la Planta Piloto de Polimerización.....	68
5.4.2	Reactor de Polimerización.....	70
5.4.3	Mezclador.....	70
5.4.4	Caldera.....	70
5.4.5	Torre de Enfriamiento.....	72
5.4.6	Estanque Agua de Proceso.....	72
5.4.7	Estanque Pulmón de Fluido Térmico.....	72
5.4.8	Sistema Térmico.....	73
5.4.9	Sistema de Enfriamiento.....	73
5.4.10	Panel de Eléctrico.....	76
5.4.11	Panel de Control.....	78
5.5	Automatización y Control de Reactor Batch.....	80
5.5.1	Definición del Sistema.....	80
5.5.2	Hardware para Adquisición de Datos y Control.....	81
5.5.3	Descripción del Software de Control.....	83
5.6	Pruebas a Escala Piloto.....	88
5.7	Estudio Preliminar para la Depuración de las Aguas del Proceso de Obtención de Poliestireno.....	89
6.	Impactos del Proyecto.....	91
7.	Bibliografía.....	92
Anexo	: Estructura de Costos Real del Proyecto.....	95

Resumen Ejecutivo

El presente informe resume las actividades desarrolladas y los logros del proyecto : "Tecnologías de Obtención de Plásticos de Poliestireno en Plantas Batch", financiado por el Fondo Nacional de Desarrollo Tecnológico y Productivo de CORFO, ejecutado por INTEC-CHILE y patrocinado y co-ejecutado por la empresa Casas del Valle Barros Hnos. Ltda.

El principal objetivo de este trabajo de investigación fue la producción de poliestireno expandible, a escala piloto, utilizando una síntesis desarrollada en los laboratorios de INTEC-CHILE. Además, como objetivos secundarios, se desarrolló una síntesis de poliestireno de uso general, aplicable también a escala piloto, y la determinación teórica de una síntesis para poliestireno de alto impacto.

Todas las síntesis antes mencionadas fueron planificadas, de manera tal que es tecnológicamente factible producir estos tres tipos de plásticos de poliestireno en una planta piloto batch multipropósito.

Conociendo los requerimientos de este tipo de polimerización, método en suspensión, se diseñó un reactor batch, destinado a generar datos de diseño para el escalamiento de reactores de polimerización a escala comercial, obtener datos básicos de ingeniería asociados con la producción de plásticos de poliestireno y, fundamentalmente, simular los procesos de obtención de poliestireno.

El reactor cuenta con sistemas de calefacción, enfriamiento, adición de gases y agitación. Todos estos sistemas y equipos involucrados constituyen una planta multipropósito de gran flexibilidad, por la amplia variedad de reacciones químicas que se pueden realizar en ella.

Para adquirir mayor información de los procesos y lograr un buen control de todas las variables involucradas, se implementó un sistema de adquisición de datos y control automático. Este sistema cuenta con sensores de flujo, sensores de temperatura y válvulas solenoides instaladas en el sistema térmico y de enfriamiento, lo que se traduce en un dimensionamiento exacto de los requerimientos de la reacción en estudio.

Este proyecto es de gran relevancia, tanto por la sustitución de importaciones, como por el conocimiento que se adquirió al desarrollar polimerizaciones, caracterizadas por su alto grado de complejidad.

Este trabajo no hubiera sido posible de llevar a feliz término, sin la colaboración de profesionales de disciplinas tan diversas como ingenieros civiles químicos, ingenieros eléctricos, químicos, profesores universitarios, técnicos mecánicos, electricistas y por supuesto sin contar con el apoyo empresarial, que al trabajar en equipo para el logro de un objetivo de interés común, pusieron todas sus capacidades al servicio del proyecto.

2. Exposición del Problema

2.1 Justificación del Proyecto

Desarrollos recientes llevados a cabo por compañías líderes en Europa y Japón han demostrado que operaciones a pequeña escala en un perfil de producción multiproducto batch, es una de las más eficientes y competitivas operaciones en la industria química.

La flexibilidad asociada a esta estrategia de producción de sustancias permite, a las empresas del sector químico hacer decrecer significativamente su grado de vulnerabilidad ante los cambios del mercado, gracias a que permite una mayor elasticidad en el perfil de producción, tanto en lo referente al volumen como al tipo de producto obtenido.

El poliestireno por ser uno de los productos termoplásticos de mayor uso, debido a su precio y propiedades físicas, es normalmente producido en grandes cantidades mediante polimerizaciones en masa, en operaciones continuas. Aún cuando se obtienen por este método economías de escala, se pierde flexibilidad debido a que se utiliza un equipamiento especialmente diseñado para un producto en particular, pero que es inútil para otro tipo de procesos.

Tomando en cuenta el tamaño del mercado nacional y fundamentalmente los requerimientos crecientes en cuanto a propiedades específicas exigidas a los plásticos de poliestireno, se hace necesario conocer y dominar tecnologías para la obtención de dichos productos, mediante polimerización en suspensión en una planta batch multiproducto.

Conscientes de lo anterior e inserto en la línea de desarrollo de productos, que en la actualidad incluye la fabricación de resinatos de estireno y poliéster, la empresa Casas del Valle Barros Hnos. Ltda. emprende la ampliación de su línea de producción, mediante la fabricación de plásticos de poliestireno, utilizando para ello procesos batch, que le permitan competir en el mercado nacional con los productos de mayor uso actualmente comercializados y con la flexibilidad suficiente para mejorar la calidad de éstos, así como también para la producción de plásticos de propiedades específicas cuando estos sean requeridos.

Así, la empresa Casas del Valle Barros Hnos. Ltda., con la realización de este proyecto emprende un plan de desarrollo que le permitirá, en un plazo de tres años, satisfacer aproximadamente un 10% de los requerimientos actuales de plásticos de poliestireno importados entre los cuales, por su demanda creciente destaca el poliestireno expandible.

2.1.1 Antecedentes Técnicos

El poliestireno es un termoplástico que puede tener un amplio rango de propiedades dependiendo de la "receta" de polimerización, mezcla y fabricación.

Se produce por una polimerización de estireno que puede ser iniciada por calor, energía fotoquímica, irradiación o una catálisis.

La velocidad y el grado de polimerización son dependientes de la temperatura, el tipo y cantidad de catalizador, concentración de monómero y la presencia de aditivos.

A escala comercial el proceso está basado en una iniciación vía radicales libres en presencia de un catalizador.

El producto no tiene olor, es suave al tacto y no es tóxico cuando está libre de aditivos y residuos. Es un termoplástico rígido de baja gravedad específica, buena estabilidad dimensional y una buena resistencia a las sustancias químicas ordinarias. Posee una baja absorción de agua, adecuadas propiedades mecánicas y una excelente moldeabilidad. Cuando está apropiadamente formulado y contiene los aditivos necesarios, es bastante estable a la luz y resistente al fuego y presenta una mínima cantidad de carga electrostática.

Las propiedades físicas del poliestireno, pueden ser afectadas por su peso molecular, distribución del peso molecular, estructura de la cadena molecular y cristalinidad del polímero. Usualmente pesos moleculares altos, incrementan las propiedades físicas, pero reducen el flujo y moldeabilidad del producto. El tipo y cantidad de residuos y aditivos presentes en el polímero, su método de fabricación y el tratamiento de post-moldeo pueden cambiar significativamente sus propiedades físicas [1, 2].

Por esto, la obtención de un producto final de una calidad y especificaciones técnicas muy precisas no es tarea fácil, y requiere de una investigación dirigida a la obtención de la "receta" de polimerización, más apropiada en cada caso.

Los distintos tipos de plásticos de poliestireno se obtienen según sean los aditivos utilizados, condiciones de polimerización o la utilización de alguna sustancia que copolimerice con el estireno.

De acuerdo a sus propiedades físicas, los plásticos de poliestireno se pueden clasificar en : poliestireno de uso general, poliestireno de alto impacto y poliestireno expandible (Tabla 2.1).

Tabla 2.1
Plásticos de Poliestireno

	Uso General	Alto Impacto	Expandido
Resistencia a la Tracción (psi)	5.000-9.000	2.000-6.000	25-95
Resistencia a la Compresión (psi)	11.500-16.000	8.000-16.000	12-56
Gravedad Específica	1,05-1,06	1,04-1,06	0,015-0,045

Ref : [3, 4]

A su vez, en cada uno de estos tipos de plásticos de poliestireno, se encuentran subdivisiones con productos con rangos de propiedades más específicas, utilizados en determinadas aplicaciones.

Actualmente la fabricación de poliestireno expandible, es llevada a cabo por las filiales BASF Chile S.A. y Shell Chile S.A.C.I., utilizando equipamiento y tecnología traída desde sus casas matrices.

2.1.2 Antecedentes Económicos

El uso de polímeros de estireno y copolímeros para el moldeo, extrusión, recubrimiento, espuma y otras aplicaciones misceláneas ha crecido a velocidad impresionante desde que el poliestireno fue introducido comercialmente en Estados Unidos en 1938 [1].

En la actualidad su importancia se puede graficar señalando que se ubica como uno de los tres plásticos de mayor consumo en el mundo, junto con las poliolefinas y el cloruro de polivinilo.

Esto ha ocurrido gracias a que los poliestirenos presentan una excelente combinación de propiedades físicas y facilidades para su procesamiento por inyección, moldeo y extrusión.

Aún cuando en nuestro país se fabrica plástico de poliestireno, su demanda es muy superior a la producción nacional, por lo que se deben importar cantidades apreciables de poliestireno de uso general, poliestireno expandible y poliestireno de alto impacto (Tabla 2.2).

Tabla 2.2
Importaciones de Plásticos de Poliestireno

Productos	Cantidad (TM)		Precios Medios (US\$ CIF/TM)		Montos (Mill. US\$)	
	1990	1991 (Enero-Nov.)	1990	1991 (Enero-Nov.)	1990	1991 (Enero-Nov.)
Poliestireno de Uso General	3.977	3.522	1.063	1.030	4,2	3,6
Poliestireno Expandible	1.819	1.853	1.472	1.478	2,7	2,7
Poliestireno de Alto Impacto	6.482	5.964	1.162	1.126	7,5	6,7

Fuente : [5]

Por su demanda, el plástico de poliestireno de mayor producción en Chile es el poliestireno expandible, en una cantidad que supera las 3.000 TM al año y que sólo cubre alrededor de un 60% de las necesidades del país.

Si se realiza un análisis de prefactibilidad para una planta de poliestireno, considerando la inversión realizada en el desarrollo de esta investigación, se tiene :

- a) Capacidad de Planta : 1.000 TM poliestireno al año
- b) Inversiones (en miles de \$)
 - Depreciable : 140.000
 - No Depreciable : 35.000
 - Investigación : 39.000
 - Capital de Trabajo : 17.500
- c) Estrategia de Producción válida para un horizonte de 5 años
 - Año 0 : Investigación
 - Año 1 : Inversión en equipos y puesta en marcha.
Inversión en Capital de Trabajo
 - Año 2 : Capacidad utilizada de la Planta : 60%

Producción de Poliestireno expandible : 600 TM

5% de las importaciones de polímeros, equivalente a 33% de las importaciones de poliestireno expandible.

Año 3 : Capacidad utilizada de la Planta : 75%

Producción Poliestireno Expandible : 750 TM

6% de las importaciones de polímeros, equivalente a 11% de las importaciones de poliestireno expandible.

Año 4-5 : Capacidad utilizada de la Planta : 100%

Producción de Poliestireno Expandible : 1.228 TM

10% de las importaciones de polímeros, equivalente a 68% de las importaciones de poliestireno expandible.

d) Precios de Venta :

Poliestireno expandible : 517.300 \$/TM

e) Egresos:

Costo Fijo de Producción : 15% Costo Equipos sin instalar

Costo de Producción por TM(*) : 402,5 M\$

Gasto de Administración, Ventas y Comercialización :

1% Costo Total de Producción

Depreciación : Lineal a 4 años

f) Parámetros de Evaluación :

Tasa de Impuesto : 15%

Tasa de Actualización : 13%

Horizonte de evaluación : 5 años

El flujo de caja se presenta en la Tabla 2.3.

(*) : Incluye costo fijo, costo variable y gastos de administración [1].

Tabla 2.3
Flujo de Caja (Miles de \$/año)

Ítem	Años					
	0	1	2	3	4	5
Ingresos						
Producción (TM/año)			600	750	1.228	1.228
Precios de Venta (\$/TM)			517.300	517.300	517.300	517.300
INGRESOS TOTALES (M\$/año)			310.380	387.975	635.244	635.224
Egresos						
Costos Fijos de Producción (M\$/año)			21.735	21.735	21.735	21.735
Costos Variables de Producción (M\$/año)			217.350	277.121	467.592	467.592
Gastos de Adm., Ventas, Comercialización			2.415	3.019	4.943	4.943
Depreciación			35.000	35.000	35.000	35.000
EGRESOS TOTALES			276.500	336.875	529.270	529.270
Utilidad antes Impuesto			33.880	51.100	105.974	105.974
Impuesto a las Utilizadas (15%)			5.082	7.665	15.896	15.896
Utilidad después de Impuesto			28.798	43.435	90.078	90.078
Más Depreciación			63.798	78.435	125.078	125.078
Inversiones para :						
Proyecto de Innovación Tecnológica (M\$/año)	39.000					
Proyecto Productivo (M\$/año)		175.000				
Capital de Trabajo para la Producción (M\$/año)		17.500				
RECUPERACION INVERSION						17.500
FLUJO NETO CAJA	(39.000)	(192.500)	63.798	78.435	125.078	142.578
RESULTADOS						
TIR (%)			21,7			
VAN (MILES \$) (13%)			49.067			

2.1.3 Tipo de Innovación Desarrollada

La innovaciones desarrolladas en este proyecto incluyen los siguientes aspectos :

- Establecimiento de tecnologías nacionales de obtención de plásticos de poliestireno para ser producidos mediante polimerizaciones en suspensión en una planta batch multiproducto.

El grado de desarrollo de cada uno de los productos es :

- a) Poliestireno de uso general : estudio teórico, obtención del producto mediante un proceso de polimerización en suspensión a escala de laboratorio y posteriormente a escala de banco.
 - b) Poliestireno expandible : estudio teórico, síntesis de laboratorio, producción a escala de banco e implementación de la tecnología a escala piloto.
 - c) Poliestireno de alto impacto : estudio teórico de la producción de este plástico, mediante un método de polimerización en suspensión.
- Construcción de una instalación piloto, con un sistema de control de reacciones batch, aplicable a un amplio rango de procesos químicos discontinuos.

La instalación piloto incluye los siguientes equipos :

- a) Reactor de Polimerización
- b) Mezclador
- c) Torre de enfriamiento
- d) Caldera
- e) Estanque Pulmón para fluido térmico
- f) Estanque Almacenamiento de agua de proceso
- g) Sistema para manejo de Gases

2.2 Objetivos Técnicos

El proyecto contempla el desarrollo de tecnologías de obtención de plásticos de poliestireno por el método de polimerización en suspensión bajo un concepto de planta batch multiproducto, en la cual será posible sintetizar varios productos, en forma secuencial.

Los resultados esperados de este proyecto son :

- Establecimiento a escala de laboratorio de una tecnología de obtención de poliestireno de uso general en base a una polimerización en suspensión, factible de ser integrada en una planta batch multiproducto para la fabricación de plásticos de poliestireno.
- Establecimiento a escala piloto de una tecnología de obtención de poliestireno expandible mediante un proceso batch de polimerización en suspensión.
- Establecimiento a nivel teórico de un proceso de obtención de poliestireno de alto impacto en base a una polimerización en suspensión, integrada a una planta batch que sea capaz de producir los tres tipos de poliestireno de aplicación comercial.
- Construcción e implementación de una instalación piloto que se ajuste a los requerimientos del proyecto, con la flexibilidad suficiente para cubrir un amplio rango de reacciones químicas discontinuas.
- Sistema de control automático para la operación batch de un reactor, utilizado para llevar a cabo reacciones químicas de polimerización.

3. Metodología

Describir como se llevó a cabo un proyecto de investigación no es tarea fácil, ya que las etapas realizadas, generalmente, no son consecutivas y muchas veces el conjunto de varias de ellas sirven de base para el desarrollo de alguna actividad específica.

A continuación se presentan las diferentes actividades realizadas, comentando de modo general las motivaciones para su desarrollo y los aspectos que abarcaron.

3.1 Investigación Bibliográfica

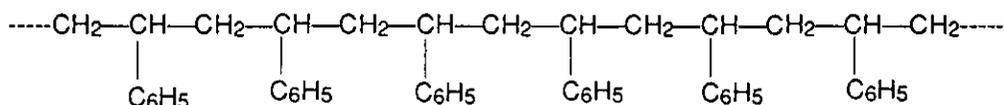
La recopilación de antecedentes es fundamental en todo proyecto de desarrollo y adaptación de tecnologías, en especial, según se pudo evaluar a través de la ejecución del proyecto, cuando se trata de reacciones de polimerización.

Antes de comenzar con el trabajo experimental fue necesaria una exhaustiva investigación bibliográfica que cubriera los diversos aspectos que estaban considerados para el desarrollo del proyecto [6 - 16]. Esta investigación también se debió realizar en la medida que los resultados obtenidos en las actividades, especialmente las de índole experimental, lo hacían necesario.

3.1.1 Poliestireno : Características y Propiedades

Este proyecto tiene como objetivo principal la síntesis de poliestireno, por lo tanto es necesario familiarizarse con las características de este polímero. Es así, que se investiga respecto de sus características, propiedades y posibles aplicaciones, de manera de conocer los requerimientos finales del polímero.

El poliestireno se presenta frecuentemente por una cadena polimérica, de fórmula :



Aunque se representa en forma lineal, se cree que existen varias alteraciones de las unidades monoméricas, como distintos tipos de ordenaciones o ramificaciones, que justificarían el carácter amorfo del polímero.

Dentro de las características más relevantes se pueden citar :

- a) Plástico duro, rígido y transparente de considerable brillo
- b) No tiene olor, ni sabor
- c) Arde con llama fuliginosa
- d) Su peso específico es pequeño

Actualmente es ampliamente utilizado, debido a las propiedades que posee, tales como :

- a) Bajo costo
- b) Se moldea fácilmente por compresión, inyección y moldeo de transferencia, pudiendo realizarse en amplios intervalos de temperatura y presión.
- c) Presenta excelente estabilidad dimensional, rigidez y baja absorción de humedad.
- d) Tiene buenas propiedades eléctricas, las cuales son prácticamente constantes en un amplio intervalo de temperatura y frecuencias.
- e) Posee buenas propiedades ópticas, presentando un elevado grado de transparencia. Además, se colorea fácilmente.
- f) Es inerte a reactivos químicos, principalmente frente a los líquidos inorgánicos corrosivos. También presenta excelente resistencia a los agentes atmosféricos.
- g) Sus propiedades físicas se ven muy poco alteradas por la temperatura, excepto en las proximidades de la temperatura de transición.

En la Tabla 3.1, se muestran las propiedades del poliestireno con los rangos en que pueden variar cada una de ellas.

El producto de mayor interés en este proyecto es el poliestireno expandible, o espuma de poliestireno. Las espumas de poliestireno tienen un gran campo de aplicaciones y se presentan en el comercio en forma de láminas o en forma de gránulos dilatables, los cuales pueden ser moldeados en la forma que se desee.

La obtención de los gránulos dilatables, o perlas expandibles, se realiza con poliestireno polimerizado en suspensión e introduciendo a presión un hidrocarburo volátil. El producto resultante contiene del 5 al 8% de materia volátil y al aplicar calor se producen los gránulos de poliestireno aptos para la dilatación. Este producto puede ser cargado directamente en los moldes y fundidos por el calor para darle la forma deseada.

Las espumas en forma de láminas se fabrican de dos maneras. Una de ellas utiliza poliestireno fundido, en el cual se introduce un líquido volátil, tal como cloruro de metilo. Esta combinación se mantiene a presión hasta que es extruída por un orificio de unos 0,61 m de diámetro, el cual se corta en láminas. El otro método parte de gránulos de poliestireno dilatables, los cuales son moldeados en forma de láminas.

Las espumas de poliestireno presentan excelentes propiedades. Tienen poca densidad, baja conductividad térmica, buena estabilidad a bajas temperaturas y baja transmisión de la humedad. Las aplicaciones son muy diversas : aislante de refrigeradores, embalajes de elevada precisión, recipientes para productos alimenticios, salvavidas y como material aislante en la construcción.

Tabla 3.1
Propiedades del Poliestireno

Propiedad	Unidad	Límite Inferior	Promedio	Límite Superior
Peso Específico		1,05		1,07
Índice de Refracción			1,59	
Absorción de Agua	(% en 24 h)		0,05	
Calor Específico	(cal/g)		0,3	
Coefficiente de Dilatación Térmica	($10^{-5}/^{\circ}\text{C}$)	6		8
Contracción del Molde	(mm/mm)	0,002		0,008
Temperatura de Distorsión	($^{\circ}\text{C}$)	85		90
Temperatura de Colada	($^{\circ}\text{C}$)	90		110
Temperatura de Moldeo por Compresión	($^{\circ}\text{C}$)	125		200
Temperatura de Moldeo por Inyección	($^{\circ}\text{C}$)	160		250
Temperatura de Ablandamiento	($^{\circ}\text{C}$)	88		110
Elongación	(%)	1		5
Presión de Moldeo por Compresión	(Kg/cm ²)	70		700
Presión de Moldeo por Inyección	(Kg/cm ²)	700		2.000
Resistencia a la Compresión	(Kg/cm ²)	800		1.100
Resistencia a la Flexión	(Kg/cm ²)	600		1.000
Resistencia a la Tracción	(Kg/cm ²)	350		600
Constante Dieléctrica a 60 c/s		2,4		2,6
Constante Dieléctrica a 10 ⁶ c/s		2,5		2,8
Poder dieléctrico	(Kvolt/mm)	16		26
Resistencia Específica	(ohm/cm)	10 ⁻¹⁵		10 ⁻¹⁹
Factor de Potencia a 60 c/s		0,0001		0,0002
Factor de Potencia a 10 ⁶ c/s		0,001		0,004

Ref [6]

X

Aquí el estireno es dispersado con un emulsificante y un catalizador en agua bajo agitación, para formar un látex estable. El paso crítico en el proceso de emulsión, es la mantención de una agitación apropiada para prevenir una prematura coagulación de las partículas. Una agitación muy alta o muy baja, puede inducir coagulación que puede llevar a una incontrolable reacción explosiva. *existe una gran probabilidad de*

Al igual que una polimerización en suspensión, las etapas de purificación del producto final son importantes, debido a que cualquier emulsificador residual sobrante, puede afectar adversamente las propiedades del polímero.

Industrialmente se pueden producir por este método el poliestireno de uso general y el de alto impacto.

d) Polimerización en solución :

Este proceso es llevado a cabo colocando el monómero en un solvente inerte o mezcla, típicamente hidrocarburos.

Ofrece la ventaja de un sistema de menor viscosidad, facilitándose las operaciones de mezclado y transferencia de temperatura. Sin embargo, el proceso se complica por la recuperación de los solventes y por el mayor tamaño de los equipos.

Aún cuando el producto obtenido está relativamente libre de impurezas, el tipo y extensión de la purificación requerida, depende de los solventes y catalizador usado, así como de la pureza exigida al polímero.

Industrialmente se puede producir por este método el poliestireno de uso general.

En base a la información anteriormente resumida, se escujo el método de polimerización en suspensión basado en los siguientes aspectos :

- Es factible de producir poliestireno de uso general, poliestireno expandible y poliestireno de alto impacto por este método de polimerización a un nivel industrial.
- El proceso de polimerización en suspensión, por la metodología y equipos que requiere, se ajusta perfectamente a operaciones de tipo batch.
- Este tipo de polimerización permite el control de las variables de operación, a través de un control automático, lo que posibilita manejar tanto la secuencia de operaciones como las variables de control en el reactor batch. Además, posibilita la producción en una planta batch multiproducto, de distintos tipos de plásticos de poliestireno, de diversas calidades y especificaciones.

3.1.2 Métodos de Obtención del Poliestireno

El estireno puede polimerizar a través de cuatro métodos : polimerización en masa, en suspensión, en emulsión y en solución. El método a usar depende de las aplicaciones que ha de tener el polímero, de la tecnología disponible y de la escala en que se ha de fabricar.

a) Polimerización en masa :

El estireno es polimerizado directamente sin aditivos de ningún tipo, normalmente en equipos especialmente diseñados. Aún cuando el control de la temperatura es lo más difícil por la exotermicidad de la reacción, los productos obtenidos por este método son de una gran pureza, minimizándose las etapas de purificación del producto final.

Industrialmente se pueden producir por este método los tres tipos de poliestirenos, normalmente en procesos continuos.

b) Polimerización en suspensión :

El monómero es suspendido en agua con los agentes de suspensión necesarios. En este proceso debido a que el estireno polimeriza en pequeñas gotas, el calor de polimerización puede disiparse a través de la relativamente fluida fase acuosa de la suspensión, lo cual facilita enormemente el control de la temperatura de polimerización.

Así, es posible obtener productos con mejores propiedades, debido a que el control de la velocidad de polimerización, especialmente en su etapa inicial, evita la formación de polímeros de bajo peso molecular.

Es necesario proveer de una agitación apropiada, así como de una correcta fórmula de suspensión, para prevenir la aglomeración de las gotas de monómero durante la reacción.

Aquí a diferencia de la polimerización en masa, cobra una mayor importancia la separación del agua y de los agentes de suspensión, para la obtención de un producto de una adecuada pureza.

Industrialmente se pueden producir por este método los tres tipos de poliestireno.

c) Polimerización en emulsión :

En este proceso las gotas del estireno monómero son aún más pequeñas que en la polimerización en suspensión, sin embargo el mecanismo difiere completamente uno del otro.

3.1.3 Polimerización en Suspensión

Una vez determinado el método de polimerización se procedió a una investigación teórica de los principales factores que afectan a una polimerización en suspensión o en perlas.

Se pretende conocer las variables involucradas y sus efectos, para modificar y mejorar los resultados experimentales.

3.1.4 Poliestireno de Alto Impacto

Entre los resultados esperados de este proyecto está el establecimiento a nivel teórico de un proceso de obtención de poliestireno de alto impacto, en base a una polimerización en suspensión factible de ser integrada en una planta batch multiproducto para la fabricación de plásticos de poliestireno. Para llevar a cabo este objetivo la búsqueda bibliográfica también incluye este aspecto.

La mayor parte de los poliestirenos de impacto que se utilizan en la actualidad son copolímeros de injerto que se obtienen polimerizando estireno en presencia de un caucho de estireno-butadieno, sintetizándose con una amplia gama de propiedades. En función de la resistencia se pueden clasificar en tres grupos :

- i) Medio impacto
- ii) Alto impacto
- iii) Extra alto impacto

Otras propiedades importantes de los grados estándares de poliestireno de alto impacto (HIPS, High-Impact Polystyrene), son la fuerza de flexión, fuerza de tensión, gravedad específica, temperatura de ablandamiento, etc.

Es importante que el fabricante tenga en consideración que al producir un HIPS debe sacrificar la apariencia del material por mejorar la fuerza de impacto, pues estas dos variables son inversas una de la otra.

Los poliestirenos de alto impacto se moldean por inyección y extrusión, recomendándose aplicar un calentamiento previo a fin de evitar la humedad que pudiera quedar retenida en la fase porosa, ya que de lo contrario puede ocasionar defectos en las piezas moldeadas.

Sus aplicaciones incluyen recipientes de embalaje, forros de puertas de interiores de refrigeradores, cajas de televisores y de aparatos de radio, recipientes para el hogar, artículos para el deporte, protecciones de máquinas industriales, tacones de zapatos de señora, etc.

En general los HIPS están referidos a poliestireno injertados con polímeros de butadieno, pero también se han producido HIPS con polímeros de estireno-acrilonitrilo (ABS) [7]

La búsqueda bibliográfica consideró la investigación teórica de los mecanismos a través de los cuales se lleva a cabo la copolimerización de injerto y de las síntesis de HIPS, en literatura técnica [1, 18] y patentes industriales [19 a 24]

Se consideraron los procesos de obtención de HIPS, correspondientes a polimerizaciones en suspensión de manera que la síntesis se pueda realizar en una planta batch multiproducto.

3.2 Desarrollo Experimental

3.2.1 Reacción de Polimerización

La determinación del método de polimerización (3.1.2), permitió dirigir la investigación bibliográfica hacia la búsqueda de rutas sintéticas, patentes y aspectos tecnológicos de la polimerización en suspensión. La investigación incluyó literatura química, literatura técnica, patentes industriales, catálogos, etc.

Además, en base a las patentes industriales se definen los rangos de valores en que varían las razones de los productos, la temperatura y tiempos de reacción.

Debido a la complejidad del sistema y del gran número de variables a considerar, se realizan algunas experiencias preliminares, con el objetivo de observar el comportamiento de esta reacción de polimerización.

Una vez determinadas las variables de mayor incidencia, y el comportamiento del sistema se diseña un procedimiento experimental a escala de laboratorio en el cual se evalúan los siguientes parámetros :

- a) Estabilidad del sistema
- b) Rendimiento
- c) Peso molecular
- d) Contenido de estireno
- e) Diámetro de partícula

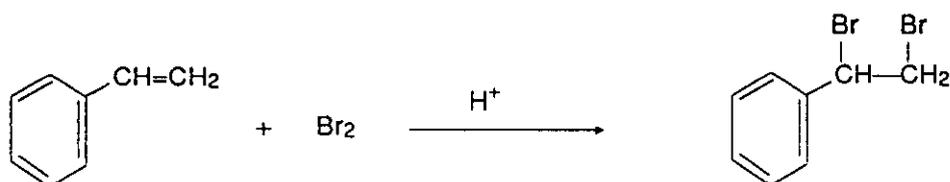
La estabilidad del sistema se observa en forma visual, y consiste en la obtención de perlas una vez finalizada la reacción de polimerización. En general la etapa crítica se produce cuando la conversión de estireno a poliestireno alcanza aproximadamente un 60%. Pasada esta etapa y sino existe aglomeración hasta terminada la reacción, se puede afirmar que la "receta" de polimerización empleada da como resultado un sistema estable.

El rendimiento de la reacción se calcula considerando el peso de las perlas obtenidas y el peso de monómero estireno utilizado, como materia prima.

En un polímero, la variable fundamental que controla sus características y propiedades es el peso molecular. Sin embargo, el resultado de una síntesis es un polímero formado por cadenas de distinta longitud. Esto implica que no se obtiene un peso molecular determinado sino una distribución de pesos moleculares, por lo que los métodos de análisis de este parámetro proporcionan en realidad un valor promedio.

Para analizar este resultado, se utiliza la determinación de peso molecular por Viscosidad de Disoluciones. Este método correlaciona la viscosidad de una disolución con el peso molecular de un polímero, técnica que fue demostrada por Staudinger en 1930 [25]. El método se estandariza a través del análisis de muestras comerciales de poliestireno, de peso molecular conocido.

La determinación de estireno en las perlas de poliestireno se basa en la adición cuantitativa de bromo al estireno, para formar dibromoestireno, según la reacción :



siendo valorado indirectamente el exceso de bromo no reaccionante por iodometría.

Aunque el diámetro de partícula es otra variable que influye en la calidad del producto, ésta depende de la velocidad de agitación, de la geometría del reactor, y del tipo y cantidad de agente de suspensión. Por lo tanto, a escala de laboratorio se tiende a obtener partículas de un diámetro aceptable, pero no es una de las variables determinantes en la evaluación de los resultados. En las pruebas a escala de banco si se cuantifica este parámetro, determinando el diámetro promedio en base al tamizado de las perlas resultantes de cada experiencia.

Los equipos y materiales utilizados en estas experiencias fueron los siguientes :

- Reactor de vidrio tipo kettle, con 5 bocas, 1 litro de capacidad
- Condensador tipo Liebig
- Embudo de adición, 250 cc de capacidad
- Embudo buchner de porcelana
- Termómetro, -10 a 260 °C, mínima división 1 °C
- Plato calefactor, con agitación mecánica
- Motor Agitador
- Baño de aceite

En la Figura 3.1, se muestra el montaje experimental de escala de laboratorio.

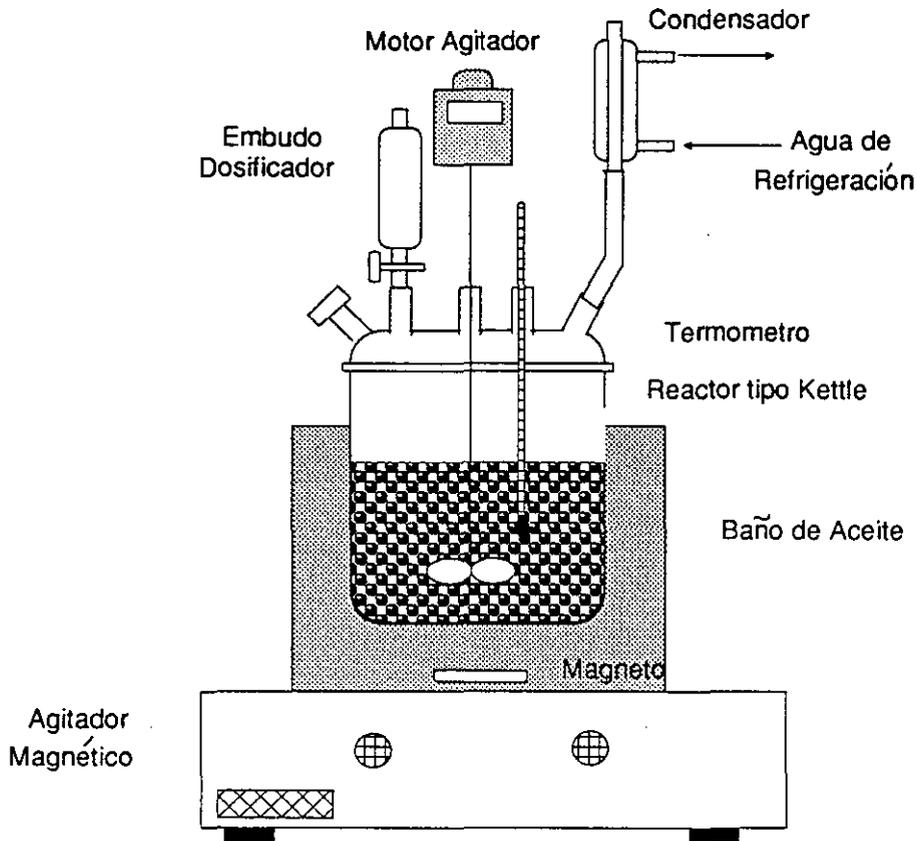


Figura 3.1 : Esquema Experimental Escala de Laboratorio

El procedimiento experimental utilizado se describe a continuación :

- Se adiciona al reactor el agua destilada, con el agente de suspensión.
- El reactor es colocado en un baño de aceite y se calienta hasta una temperatura previamente fijada.
- El baño de aceite se mantiene a una temperatura homogénea, mediante agitación magnética.
- Se pesa el iniciador y se agrega al estireno.
- Si se utilizan agentes ignífugos estos son agregados al estireno.
- Cuando la fase acuosa ha alcanzado la temperatura deseada, comienza la adición del estireno, a través del embudo de adición.

- La agitación se mantiene constante e ininterrumpidamente durante todo el proceso.
- Se utiliza, además, un condensador para evitar el cambio de volumen por evaporación del agua.
- Una vez finalizada la reacción se enfría el sistema, sin dejar de agitar.
- Se filtra el producto y se lava.

Las experiencias a escala de laboratorio fueron realizadas a presión atmosférica, lo que impide el uso de temperaturas superiores a 94 °C, que es la temperatura de ebullición del sistema.

Una vez asegurada la estabilidad del sistema, es decir que se mantenga en forma de perlas y no se aglomere, se optimizan los demás parámetros experimentales. La polimerización que entregue mejores resultados pasa a la siguiente etapa que es la experimentación a escala de banco.

Como las experiencias a escala de laboratorio básicamente están dirigidas a explorar la naturaleza de la reacción química y determinar la factibilidad de realizarla, es necesario realizar experiencias a escala de banco, donde los problemas de aprovechamiento de insumos, contaminación, separación y purificación de los productos son más evidentes.

Esta diferencia se logra utilizando mayor cantidad de insumos (500 a 3.000 g), y simulando con mayor aproximación el proceso que se implementará posteriormente a escala piloto.

A partir de los resultados obtenidos a escala de laboratorio, se sintetiza el poliestireno de uso general a escala de banco, para, en una primera etapa, verificar la reproductibilidad del proceso de síntesis diseñado.

Se introducen las modificaciones que sean necesarias para lograr la obtención del poliestireno deseado, lo cual se comprobará a través de la repetición de los análisis, explicados anteriormente.

En esta etapa se introducen modificaciones a las técnicas operatorias utilizadas a escala de laboratorio, y que generalmente no son aplicables a mayor escala. Además, se estudia la influencia de algunas variables en el comportamiento de la reacción, como por ejemplo el grado de agitación, que no puede ser estudiado en forma apropiada en la etapa anterior, por las técnicas utilizadas.

Las experiencias a escala de banco, se realizan en un reactor con las siguientes características :

- Material de construcción : Vidrio
- Capacidad : 3 litros
- Temperatura máxima de operación 200 °C
- Presión máxima : 12 bar

- Camisa de calefacción
- Pantalla de policarbonato, protección hasta 8 bar.
- Sensores de temperatura, presión, velocidad de agitación, torque.
- Controlador de velocidad de agitación

En la Figura 3.2, se muestra un esquema del reactor utilizado.

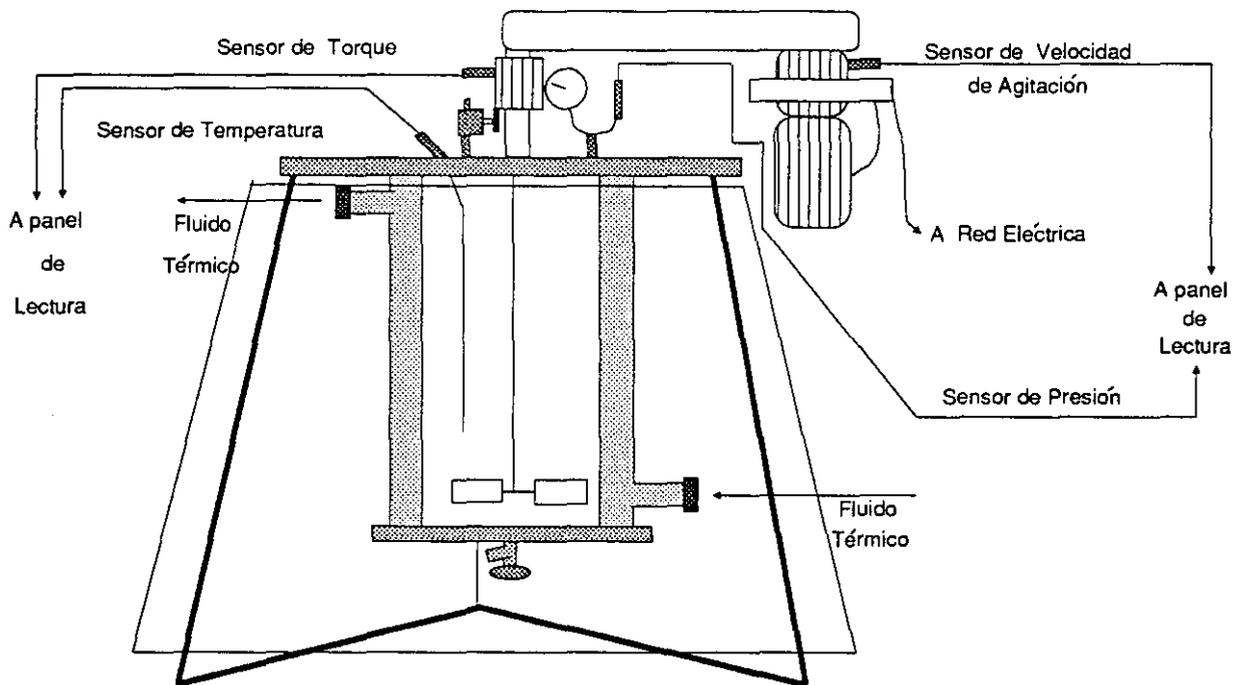


Figura 3.2 : Esquema de Reactor a Escala de Banco

Para calentar o enfriar el reactor, se utiliza un baño termostatado que calienta y enfría el fluido térmico, proporcionando la temperatura requerida para la reacción.

Este reactor al operar con presión, permite trabajar con temperaturas superiores que las que eran posibles a escala de laboratorio, y mejorar los resultados obtenidos anteriormente, usando "recetas" similares.

El procedimiento experimental es semejante al descrito para la escala de laboratorio.

Estas experiencias permitieron obtener poliestireno de uso general, con un procedimiento aplicable a escala piloto.

3.2.2 Obtención de Perlas Expandibles

Como se había mencionado en 3.1.1, las perlas expandibles se obtienen introduciendo a presión un hidrocarburo volátil, agente de expansión, en poliestireno polimerizado en suspensión.

Pero, además, es necesario agregar a la reacción del agente de expansión, sustancias que actúan como agentes de suspensión, agentes plastificantes y agentes modificadores de superficie.

El objetivo de estos aditivos es el de impedir que las perlas se peguen durante el proceso, ya que suele alcanzar las temperaturas de ablandamiento, dando a las perlas una vez expandidas un aspecto liso y evitando que disminuyan de volumen cuando se enfrían, provocando que estas se deformen.

La "receta" utilizada en esta etapa es fuertemente dependiente de los aditivos utilizados en la reacción de polimerización.

Para realizar la obtención de perlas expandibles, se debió determinar la receta de polimerización y luego producir perlas en suficiente cantidad para llevar a cabo las pruebas de adición del agente de expansión. Como esta etapa del proceso se realiza a presión, se utilizó el equipo mostrado en la Figura 3.2, utilizando masas equivalentes a una escala de banco.

El procedimiento experimental se describe a continuación :

- Pesar el polímero de uso general, en forma de perlas.
- Pesar el agua, el agente de expansión y los aditivos.
- Agregar al reactor el agua y los aditivos, agitar la mezcla.
- Agregar las perlas y cerrar herméticamente el reactor. Continuar agitando durante todo el proceso.

- Agregar el agente de expansión.
- Elevar la temperatura, y dejar en estado estacionario hasta completar el tiempo de reacción.
- Enfriar el sistema y descargar.
- Filtrar y lavar las perlas.
- El secado se realiza a temperatura ambiente.

El comportamiento de las perlas en el proceso de expansión se evalúa en forma visual, y en comparación a la expansión de perlas expandibles comerciales.

Con esta etapa adicional, el poliestireno de uso general se transforma en poliestireno expandible que puede ser procesado para diversas aplicaciones, en especial planchas aislantes y envases.

3.3 Instalación Piloto

La necesidad de construir y operar una planta piloto está basada en tres razones principales.

La primera razón es que el conocimiento de la ingeniería química, no permite predecir con exactitud el efecto que tiene el aumento de la escala de operaciones en un proceso químico. Es casi imposible diseñar una planta grande y compleja con un alto grado de éxito contando solamente con datos obtenidos a nivel de laboratorio e incluso a escala de banco, en lo que respecta a reacciones de polimerización en suspensión. Una planta piloto sirve para probar las teorías y los resultados obtenidos. Permite evaluar los efectos de un gran cambio en la escala de operaciones y obtener valiosos y útiles datos de diseño para la unidad de producción industrial.

La segunda razón proviene de la necesidad de contar con las cantidades apropiadas de producto final de tal manera que puedan ser analizados en sus propiedades y usos en forma crítica. Adicionalmente, se pueden entregar a los potenciales clientes usuarios del producto, cantidades suficientes que les permitan probar a escala comercial sus cualidades.

La tercera razón tiene que ver con la necesidad de controlar el grado de contaminación que un proceso pueda producir. Aún cuando, a escala de laboratorio se tenga especial cuidado en la implementación de tecnologías que produzcan un mínimo de residuos, puede suceder que a una escala industrial, por el volumen involucrado surjan problemas en el manejo y control de subproductos contaminantes. Muchas veces el costo total de una planta piloto compleja, puede ser reembolsado, si problemas de este tipo son descubiertos en el proceso y se encuentran los medios más apropiados para su control y eliminación.

De los posibles conceptos para la construcción de una instalación piloto, una planta multipropósito es la más apropiada para este proyecto.

Una planta multipropósito está diseñada para operar en un amplio rango de razones de alimentación, operación y almacenamiento, simulando un proceso completo. En ella se pueden realizar una gran diversidad de estudios. Es una excelente herramienta para el escalamiento de equipos y prueba de materiales de construcción.

Los objetivos que se persiguen en este proyecto al construir una planta piloto de polimerización son :

- Obtener datos básicos de ingeniería asociados con la producción de plásticos de poliestireno.
- Simular procesos de obtención de plásticos de poliestireno, fundamentalmente en la etapa de reacción de polimerización.
- Obtener una cantidad apropiada de producto para la evaluación de sus propiedades físicas y químicas, así como para la elaboración de productos de uso final.

- Generar datos de diseño para el escalamiento de reactores de polimerización a escala comercial.

Debido a que la planta piloto será utilizada como una herramienta básica para el diseño y escalamiento de una planta industrial para la fabricación de plásticos de poliestireno, es indispensable que sea flexible en su modo de operación.

El concepto de flexibilidad aplicado a una planta piloto de polimerización incluye :

- Capacidad de llevar a cabo una variada gama de reacciones de polimerización de poliestireno en suspensión, así como la factibilidad de obtener, con un mínimo de acondicionamiento, polímeros y copolímeros de estireno, mediante métodos alternativos de polimerización en emulsión y solución.
- Lo anterior exige que las distintas etapas, fundamentalmente la etapa de reacción química, sean realizadas en equipos capaces de operar en rangos mayores que los necesarios para una reacción química específica.
- Las prestaciones de la planta piloto así diseñada, se ven incrementadas al contar con un sistema automático de adquisición de datos y un control automático asistido por computador.

El ideal, desde el punto de vista operativo, es construir una planta multipropósito que entregue prestaciones con el grado de flexibilidad anteriormente señalado. Sin embargo, desde el punto de vista práctico, no es recomendable por los altos costos involucrados y por las dificultades en su diseño, lo cual justificaría un proyecto completamente dedicado a este fin.

Por lo antes señalado, se asume en el diseño una decisión de compromiso en el sentido de tener una mayor exigencia para los equipos utilizados en las etapas más críticas del proceso de polimerización.

La etapa de reacción química por su complejidad y la incidencia que tiene en el resultado final, requiere de un equipamiento, tanto en lo que respecta al reactor como a sus equipos auxiliares, diseñado bajo un criterio de flexibilidad.

Las operaciones unitarias complementarias tales como filtración y secado, se diseñan de acuerdo a los requerimientos mínimos que el presente proyecto exige. Esto no se contrapone al hecho de que en futuras operaciones, cuando los requerimientos lo justifiquen, puedan ser diseñados bajo un concepto de mayor flexibilidad.

3.3.1 Lay-out Planta de Plásticos de Poliestireno

Para la planificación del lay-out de la planta es necesario recopilar antecedentes básicos, ya que aunque los problemas involucrados en el diseño de una planta de polímeros son generalmente similares a aquellos que se encuentran en el diseño de todas las plantas químicas y de proceso, las dificultades que se encuentran suelen ser más molestas que las comunes, a causa de las condiciones y cambios en la viscosidad, tanto en los distintos tipos de procesos como en los productos, la usual tendencia de los polímeros a ser inestables y degradarse bajo calor u oxígeno, la necesidad de almacenar muchos materiales poliméricos muy secos, libres de polvo o en condiciones muy controladas, la complejidad de los riesgos tales como inflamabilidad y toxicidad, a menudo asociado con el manejo de monómeros y reactivos, hacen que dependiendo del tipo y tamaño de planta, sea laboriosa y compleja la solución de estos y otros muchos problemas específicos [1].

Deben tenerse en cuenta una serie de aspectos de seguridad en la distribución de los equipos, de manera de minimizar los riesgos en la operación. Además, se deben considerar la facilidad en el manejo y zonas de acceso despejadas, para la carga de las materias primas y la descarga de los productos.

Para la planta de polimerización, se escoge un diseño basado fundamentalmente en un esquema de construcción de tramo abierto. En este esquema, las áreas disponibles son mayores minimizándose el uso de niveles de altura para la instalación de los equipos. Esta forma de construir la planta piloto es la menos costosa. Una construcción de metal sirve como estructura básica. Su accesibilidad acrecienta la seguridad debido a que los operadores raramente se encuentran solos o fuera de vista.

3.3.2 Diseño de Reactor de Polimerización

Probablemente no existe en el léxico químico una palabra con tan variadas connotaciones como la palabra "reactor". Un reactor, como un equipo en donde se lleva a cabo una reacción química, toma una amplia variedad de modelos y formas, más que cualquier otro equipo de proceso.

Todos los reactores tienen, sin embargo, una cosa en común : debe colocarse un gran cuidado en la selección del tipo y en el diseño, o el resultado será sino un fracaso, al menos tendrá un desempeño decepcionante [26].

La primera etapa en la selección de un reactor de planta piloto es un examen crítico de las características de la reacción.

Las condiciones de reacción que se deben considerar en la elección y el diseño del reactor son [27] :

- i) Presión
- ii) Temperatura
- iii) Balance de Energía
- iv) Cinética de la reacción
- v) Requerimientos de agitación

Dentro de estas variables la de mayor complejidad para manejar es la agitación, que a menudo se percibe equivocadamente como una tecnología madura.

Esto dista mucho de ser cierto, debido a que la descripción de los mecanismos de mezclado es muy compleja por el caótico movimiento de los fluidos. Sólo recientemente se han podido obtener datos experimentales confiables utilizando técnicas de anemometría laser doppler, lo cual, en conjunto con modelos fluido-dinámicos, está permitiendo describir los mecanismos de agitación [28].

El conocimiento de las variables que determinan la velocidad y grado de agitación es esencial para lograr un adecuado diseño. En algunos casos el agitador sólo se diseña para mezclar. Pero a veces ocurre, como en este caso, que se desea que efectos indirectos de la agitación, tales como, velocidad de reacción, eficiencia en la transferencia de calor y masa, forma y distribución del tamaño de las perlas de poliestireno, alcancen los resultados deseados.

En este caso, el problema de diseño se complica notablemente debido a que muchos de los efectos deseados son contrapuestos. Así, un aumento en la eficiencia de la transferencia de calor, mediante el uso de un mayor grado de agitación va en desmedro de la obtención de perlas de poliestireno de un determinado tamaño y su distribución. Por lo tanto, el sistema de agitación debe ser diseñado teniendo como objetivo el cumplimiento de más de una tarea.

La suspensión de sólidos también provoca problemas considerablemente más complejos que los involucrados en el movimiento de una sola fase líquida, debido a que una segunda fase está presente en el reactor [29]. Si a esto se agrega que las partículas sufren un efecto "gel", en donde tienden a deformarse y a adherirse unas a otras y a las superficies del reactor, se comprende la complejidad del problema de diseño del sistema de agitación para un proceso de polimerización en suspensión.

Normalmente las partículas no tienen un tamaño único, sino que están distribuidas dentro de un rango, teniendo por tanto diferentes velocidades de sedimentación, lo cual debe también ser tomado en cuenta en el diseño.

Cuando las diferencias en composición y temperatura causan problemas, la agitación es un buen medio para promover uniformidad. En las reacciones de polimerización la uniformidad es un requisito indispensable para que los productos y resultados sean consistentes entre batch y batch, en términos de calidad y rendimiento.

Los requerimientos para el sistema de agitación son :

- Colaborar en la obtención de una velocidad de reacción lo suficientemente alta para completar el proceso en un determinado tiempo.
- Favorecer las condiciones de proceso que hagan posible alcanzar un alto porcentaje de conversión hacia el producto deseado.
- Aumentar la razón cantidad de producto deseado/cantidad de producto no deseado
- Obtener velocidades adecuadas de transferencia de calor.
- Uniformar la temperatura y la concentración dentro de límites especificados.
- Favorecer la distribución de tamaños de partículas dentro de los límites deseados.
- Eliminar la adherencia de partículas a las superficies del reactor, en especial en aquellas encargadas de la transferencia de calor.
- Evitar la acumulación de fluido estancado en la superficie líquida o en zonas determinadas en la masa reaccionante.
- Evitar la sedimentación o acumulación de sólidos en el fondo del reactor.
- Evitar la aglomeración de las partículas de polímero.
- Evitar la deformación de las perlas de polímero.

3.3.3 Sistemas Auxiliares

Para controlar la temperatura de una reacción, es necesario incorporar sistemas de calefacción y sistemas de enfriamiento, por lo tanto se debe considerar la construcción de los siguientes equipos : caldera, habilitada para funcionar con fluido térmico, estanque pulmón de aceite, y torre de enfriamiento.

3.4 Automatización y Control de Reactor Batch

El reactor batch es la unidad más importante de una planta de polimerización, ya que en él suceden una serie de eventos tales como adición de reactivos, calefacción, refrigeración, agitación, etc. Estos eventos dependen de la reacción química que se requiere realizar, de las condiciones ambientales y muchas veces del comportamiento aleatorio de los reactivos o materias primas utilizados.

El control de reactores batch consiste en secuenciar las operaciones que en él ocurren, así como también regular las variables de proceso. Un sistema de control automático capaz de cumplir con los objetivos anteriores debe, a lo menos, satisfacer los siguientes requisitos :

- a) Manejar señales análogas y digitales :

El sistema de control debe ser capaz de examinar el estado en tiempo real de los diferentes componentes del proceso : válvulas ON/OFF, válvulas continuas, sensor de presencia, sensores de temperatura, etc, contrastando con el estado esperado para cada momento y tomar alguna acción si encuentra discrepancias.

- b) Disponer de funciones de sincronización :

Debe realizar acciones en forma sincronizada, así por ejemplo, para la etapa de enfriamiento es necesario, además de introducir agua en el serpentín del reactor, vaciar el fluido térmico de la camisa.

- c) Ser capaz de ejecutar secuencias lógicas :

Las funciones de secuencia lógica especifican como y en que orden deben ser realizadas las operaciones para obtener un determinado producto. Estas deben incluir los pasos a seguir frente a una operación anormal.

- d) Poseer un sistema de interfaz entre las funciones de control regulador y secuencial:

Muchos sistemas de control requieren control regulador así como también control secuencial. En un proceso batch típico, los reactantes deben ser calentados a una temperatura específica y mantenida a esa temperatura por un determinado período hasta que la reacción finaliza y luego enfriar el producto. Las funciones secuenciales permiten el control de la sucesión de las etapas y las funciones de regulación permiten la mantención de la temperatura.

- e) Poseer un cierto grado de flexibilidad junto con reproductibilidad :

El sistema de control debe ser capaz de reproducir una operación o secuencia de operaciones. Cuando se ejecutan las funciones secuenciales lógicas, la reproductibilidad asegura la consistencia de los productos finales y representa una de las ventajas principales del control automático frente al control manual.

También es fundamental disponer de un sistema que posea un alto grado de flexibilidad, de tal forma de permitir la manufactura de distintas calidades de un mismo producto o bien, fabricar varios productos utilizando las mismas unidades de proceso, pero alterando las etapas de procesamiento.

- f) Proveer una interfaz con el operador y el personal supervisor de la planta de procesos :

El sistema de control debe proveer la posibilidad de monitorear las condiciones de proceso en tiempo real, así como también la facilidad de alterar parámetros del proceso.

Entre los requerimientos de este tipo se pueden mencionar :

- Estado de una unidad de proceso en relación a la etapa de proceso en la que se encuentra
- Estado de los actuadores
- Gráficos de los valores de las variables de proceso
- Facilidad para comenzar un batch junto con la asignación de las etapas necesarias
- Facilidad para poner el proceso en estado de espera, para interrumpirlo y para recomenzar en alguna etapa intermedia
- Despliegue de las funciones lógicas secuenciales y facilidad para cambiarlas

La necesidad por las funciones anteriores y su importancia relativa difiere con la complejidad y tipo de proceso a ser controlado. La forma en la cual las funciones son implementadas está íntimamente relacionada con el tipo de sistema de control usado.

3.5 Pruebas a Escala Piloto

Una planta piloto se puede considerar como una herramienta para investigar un proceso, o un problema del proceso, a una escala manejable y de manera realista y oportuna.

La complejidad asociada, tanto a la obtención de un polímero de estireno con propiedades y características específicas, como el escalamiento de los equipos requeridos para su fabricación a escala industrial, hacen imprescindible la implementación del proceso a escala piloto.

La implementación del proceso a escala piloto, permitirá familiarizarse con la rapidez de respuesta del sistema reactor-reacción química, a perturbaciones de calentamiento o enfriamiento, por el uso de aceite térmico y agua de refrigeración, respectivamente. Además, estas reacciones darán la posibilidad de poner a punto el sistema, corrigiendo y perfeccionando los aspectos que sean necesarios para un manejo fácil y seguro.

Una de variables a definir en esta etapa es la velocidad de agitación, que debe ser dimensionada según la geometría del reactor y las propiedades del sistema reaccionante, para cumplir con los requisitos enumerados en 3.3.2.

3.6 Sistemas de Descontaminación de Efluentes

El desarrollo de la industria, el consumo masivo de ciertos productos y el crecimiento de la población, especialmente en las grandes ciudades, han generado como consecuencia el problema de los desechos residuales y la contaminación del medio ambiente.

La disposición de los residuos líquidos provenientes del uso doméstico, comercial e industrial en las masas receptoras : ríos, corrientes subterráneas, lagos y el mar, han ido deteriorando progresivamente sus condiciones naturales de apariencia física y su capacidad para sustentar la vida acuática adecuada, perdiendo con ello, en la mayoría de los casos, las condiciones mínimas que les son exigidas para su racional y adecuada utilización como fuentes de abastecimiento de agua, como vías de transporte o como fuentes de energía.

Estas consecuencias han motivado la necesidad de que dichas aguas residuales, antes de ser vertidas en los cursos receptores, deban ser tratadas adecuadamente para modificar sus características físicas, químicas y microbiológicas, a fin de evitar que su disposición genere los conocidos problemas de polución y de contaminación, en las aguas y en el medio ambiente.

Un residuo industrial líquido (RIL) contaminante, es aquel efluente que contiene compuestos químicos o especies biológicas que produzcan en los cursos receptores, características o calidades inadecuadas para usos definidos, o que contengan materias orgánicas que al descomponerse en el curso, consuman el contenido de oxígeno hasta un grado que interfiera en el uso del curso, destruya la vida acuática y sea fuente de condiciones desagradables para los vecinos residentes.

Los RILES, generalmente consisten en residuos de las materias primas, que se emplean en los procesos productivos y que no son totalmente aprovechados, de manera que un tipo de solución lo constituye el mejoramiento de los procesos productivos, a fin de reducir al mínimo las pérdidas de materias primas.

Otro tipo de solución la constituye la implementación de sistemas de tratamientos adecuados para la remoción de los contaminantes.

Para estudiar el problema de contaminación que podría ocasionar la producción de poliestireno, es necesario elaborar un diagnóstico que determine cual es el origen de la contaminación, la magnitud del problema ocasionado por ella y sus consecuencias para el medio ambiente. Dicho diagnóstico debe considerar los límites máximos permitidos para cada componente, así como la capacidad de la naturaleza para asimilar y neutralizar las emisiones de los contaminantes.

La legislación chilena, relacionada con el control de la contaminación del agua, confiere obligaciones y atribuciones a diversos ministerios y organismos. Las normas de calidad ambiental datan de muy antiguo, pero actualmente existe en proyecto la implantación de un norma técnica relativa a la descarga de RILES, que entraría en vigencia en un futuro

no muy lejano, la cual deberá ser cumplida por todo establecimiento que entre en funcionamiento luego de dictada dicha normativa.

En la Tabla 3.2, se reproducen los límites máximos de contaminantes permitidos en vertidos industriales, según la norma técnica de la Superintendencia de Servicios Sanitarios.

Tabla 3.2
Límites Máximos de Contaminantes permitidos en RILES

Características	Unidad	Expresión	Requisito
pH	Unidad		5,5 - 9,0
Temperatura	°C		35
Sólidos Suspendidos	mg/l	S.S.	300
Sólidos Sedimentables	ml/l 1 hr		20
Aceites y Grasa	mg/l		150
Hidrocarburos	mg/l		20
DBO ₅	mg/l	DBO ₅	300
Arsénico	mg/l	As	0,5
Cadmio	mg/l	Cd	0,5
Cianuro	mg/l	CN	1
Cobre	mg/l	Cu	3
Cromo	mg/	Cr	0,5
Fósforo	mg/l	P	10
Mercurio	mg/l	Hg	0,02
Níquel	mg/l	Ni	4
Nitrógeno	mg/l	N	80
Plomo	mg/l	Pb	1
Sulfatos	mg/l	SO ₄	600
Sulfuros	mg/l	S ⁼	5
Zinc	mg/l	Zn	5
Detergentes	mg/l		2
Triclorometano	mg/l		0,5
Compuestos Fenólicos	mg/l	Fenoles	0,5

Las concentraciones se refieren a valores totales, el DBO₅ es la demanda química de oxígeno a los 5 días y a 20 °C. Con respecto al color se admite en bajas concentraciones, de modo que el efluente no introduzca color visible al curso receptor.

4. Plan de Trabajo

El plan de trabajo, contempló el desarrollo de las siguientes actividades :

A.1 Recopilación de antecedentes bibliográficos referentes a :

- Obtención de plásticos de poliestireno
 - i) Obtención de poliestireno de uso general, expandible y de alto impacto
 - ii) Características, propiedades y usos del poliestireno expandible
 - ii) Rutas sintéticas
 - iii) Métodos de polimerización
 - iv) Cinéticas de las reacciones de polimerización
 - v) Aspectos tecnológicos
 - vi) Patentes Industriales
- Parámetros de diseño de reactores batch, para reacciones con suspensión de partículas
- Organización de plantas de polímeros
- Normas de seguridad
- Algoritmos de control de reactores batch
- Sistemas de descontaminación

Duración : 10 meses

A.2 Análisis teórico de producción de poliestireno de alto impacto en una planta batch multiproducto.

A partir de los estudios bibliográficos realizados, se diseña un proceso de producción de poliestireno de impacto vía polimerización en suspensión, capaz de integrarse a una planta batch multiproducto de producción de plásticos de poliestireno.

Duración : 1 mes

A.3 Diseño de un reactor piloto de polimerización en suspensión

Duración : 2 meses

A.4 Construcción y adecuación de instalaciones para la planta piloto

Se contempla la implementación de un reactor de una capacidad aproximada de 2 m³, en lo referente a sus sistemas de calefacción, refrigeración, agitación, sellos, adición y descarga de reactivos y productos, así como sistemas auxiliares de manejo de gases y otros.

Duración : 8 meses

A.5 Obtención a escala de laboratorio de poliestireno de uso general

Se establece una ruta sintética para la obtención de poliestireno de uso general, mediante una polimerización en suspensión, factible de ser implementada en un modo batch, a escala industrial.

Duración : 4 meses

A.6 Diseño y especificación del sistema de control

En base a los requerimientos del proceso, se diseña y especifican los componentes de hardware del sistema de control.

Duración : 1 mes

A.7 Adquisición de equipamiento destinado a la implementación del control automático

Se considera la adquisición de todos los componentes del sistema (sensores, actuadores, conversores analógico/digital, microcomputador, etc.)

Duración : 3 meses

A.8 Obtención a escala de banco de poliestireno de uso general

Duración : 4 meses

A.9 Obtención a escala de banco de poliestireno expandible

Se determinan las condiciones óptimas para la obtención de poliestireno expandible utilizando como materia prima el poliestireno de uso general obtenido a escala de banco.

Duración : 4 meses

A.10 Diagnóstico de la contaminación producida por los Residuos Líquidos

Duración : 1 mes

A.11 Descontaminación de Efluentes

Se realizan una serie de tratamientos de descontaminación, para determinar el más apropiado para la reacción de polimerización que se implementará a nivel piloto.

Duración 1 mes

A.12 Implementación de software del sistema de control

Duración : 3 meses

A.13 Montaje del sistema de control automático

Duración : 2 meses

A.14 Pruebas a Escala Piloto

Se simula el proceso, llevando a cabo sus pasos principales en el mismo orden en que serán realizados a nivel industrial, para poder establecer criterios de control y escalamiento.

Duración : 2 meses

A.15 Puesto a punto del control automático

Se pone en marcha el sistema de control, y se realizan los ajustes necesarios para una operación satisfactoria.

Duración : 1 mes

La duración de este proyecto fue de 13 meses, desde Agosto '92 a Septiembre '93, sin considerar el mes de Febrero '93, por vacaciones del personal. La programación de las actividades se muestra en la siguiente Carta Gantt.

Actividad	Meses												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
A.1	_____												
A.2	_____												
A.3	_____												
A.4					_____								
A.5	_____												
A.6					_____								
A.7						_____							
A.8					_____								
A.9								_____					
A.10										_____			
A.11											_____		
A.12								_____					
A.13										_____			
A.14												_____	
A.15												_____	

5. Resultados

5.1 Poliestireno de Alto Impacto (HIPS)

Estos plásticos son poliestirenos modificados que tienen mayor tenacidad que el polímero convencional.

Los primeros poliestirenos de impacto se obtenían por mezclado físico de poliestireno con un caucho sintético a base de estireno-butadieno (GRS). Estos plásticos tenían poca estabilidad térmica, poca elongación y se alteraban durante los procesos de transformación.

La mayor parte de los poliestirenos de impacto que se utilizan en la actualidad son copolímeros de injerto que se obtienen polimerizando estireno en presencia de un caucho de estireno-butadieno, sintetizándose con una amplia variedad de propiedades.

Tienen mejor resistencia al "shock" que los poliestirenos convencionales, en un amplio intervalo de elongación. Su resistencia a los agentes químicos es semejante a la del poliestireno normal.

Las resinas HIPS son conocidas por su facilidad de procesamiento, buena estabilidad dimensional, fuerza de impacto y rigidez. Los factores limitantes normales para HIPS son la resistencia al calor, la permeabilidad al oxígeno, la estabilidad a la luz UV, la resistencia a las grasas y aceites químicos [17, 30].

Los grados de HIPS son generalmente clasificados de acuerdo a su fuerza de impacto relativa. Otras propiedades importantes de grados estándares de HIPS son la fuerza de flexión, fuerza de tensión, gravedad específica, temperatura de ablandamiento, etc.

En general los HIPS están referidos a poliestireno injertados con copolímeros de butadieno, pero también se han producido HIPS con copolímeros de estireno-acrilonitrilo (ABS).

5.1.1 Copolimerización de injerto

Un copolímero de injerto tiene estructura de un esqueleto polimérico sobre el cual cadenas de otros polímeros son fijadas o "injertadas".

El estireno forma copolímeros con muchos materiales, pero el producto comercial probablemente más importante es el obtenido desde estireno y un elastómero natural o sintético.

La incorporación de un elastómero dentro del poliestireno incrementa la fuerza de impacto del polímero, el cual también debe estar acompañado por una masticación mecánica, de una mezcla de goma y poliestireno. La copolimerización de injerto ha llegado a ser el proceso predominante en manufactura de impacto, pues se requiere mucho menos goma para obtener un grado deseado de reforzamiento [1].

La incorporación de la goma, sin embargo, también baja la fuerza de tensión, la dureza, la estabilidad a la luz y el calor, y la temperatura de ablandamiento.

La copolimerización de injerto del poliestireno y una goma se tiende a vincular predominantemente como un ataque de un iniciador de radicales libres sobre el grupo vinílico del elastómero, creando un sitio activo sobre la cadena elastomérica en la cual el estireno o la cadena polimérica creciente pueden atacar y polimerizar, es decir, fijarse y propagarse.

La reacción puede también asociarse con la abstracción de un átomo de hidrógeno desde el elastómero por el catalizador, creando un radical libre el cual puede iniciar la polimerización del estireno.

La cantidad de polímero injertado formado es dependiente del tipo de elastómero y el tipo y concentración del catalizador.

La copolimerización de injerto usualmente se realiza disolviendo el elastómero en estireno, seguido por la polimerización del estireno con una iniciación ya sea térmica o catalizada. La goma es el prepolímero sobre el cual la cadena poliestirénica es injertada.

La fijación puede ser efectuada por muchas vías :

- a) El radical iniciador puede atacar el doble enlace del elastómero, creando un radical elastomérico activo, el cual inicia luego a un monómero de estireno.
- b) El radical iniciador puede abstraer un átomo de hidrógeno desde el grupo alfa-metilénico del elastómero, creando un radical elastomérico activo capaz de iniciar la polimerización del estireno.
- c) Un radical poliestireno en propagación puede copolimerizar con el doble enlace del elastómero
- d) Un radical elastomérico activo puede ser formado por una cadena de transferencia y el monómero puede ser adicionado a la cadena favoreciendo un centro activo y propagando la ramificación (cadena).

Los estudios que se han realizado permiten encontrar que el largo promedio de la cadena sobre el tronco del elastómero es el mismo que el de la polimerización libre del estireno, y además, que la cantidad de copolímero de injerto es afectada por el tipo de iniciador usado, entonces se postula que la copolimerización de injerto es acompañada predominantemente por el ataque de un radical iniciador sobre el elastómero (Figura 5.1)

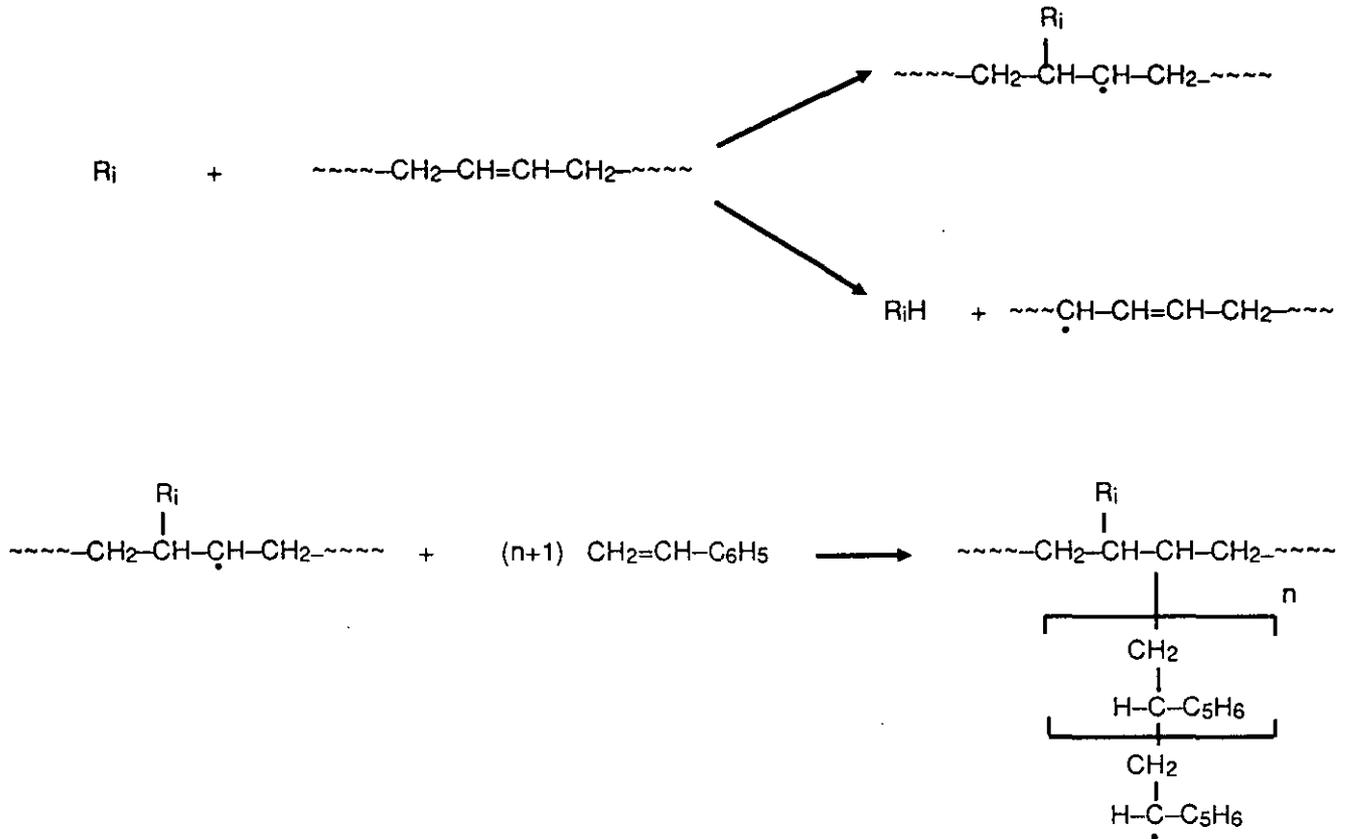


Figura 5.1 : Ataque radical iniciador sobre elastómero

La transferencia de cadena puede verificarse, y puede resultar en la terminación de un radical poliestirénico en propagación. Si esto ocurre y si el radical fue fijado al esqueleto elastomérico sobre el otro extremo, un copolímero de injerto ramificado es producido.

Pero, si el radical poliestirénico en crecimiento es terminado por combinación (el cual ha sido demostrado ser predominante en la reacción de terminación de radicales poliestirénicos libres), entonces un entrecruzamiento de dos cadenas elastoméricas ocurre, teniendo una cadena larga de poliestireno como puente de vinculación (Figura 5.2).

La reacción de terminación, entonces, determina la estructura final del copolímero. Agentes de transferencias de cadenas como mercaptanos son en ocasiones agregados para incrementar el número de terminaciones por transferencia de cadena y así modificar las propiedades del copolímero.

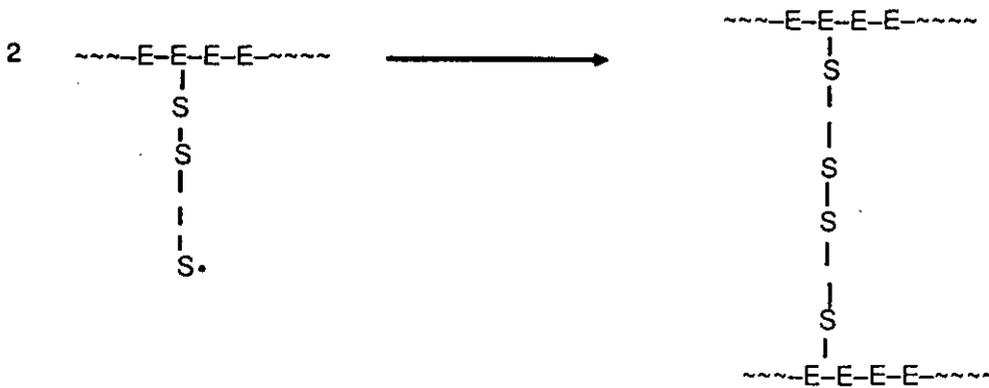


Figura 5.2 : Entrecruzamiento cadenas elastoméricas

La cantidad de polímero formado también depende del tipo de catalizador usado. Se encontró que con peróxido de benzoilo, numerosas cadenas muy cortas son obtenidas y la cadena polimérica de estireno libre se propaga a aproximadamente el largo predicho por datos conocidos.

Por otra parte, se detectó que el peróxido de benzoilo tiene mayor eficiencia de injerto (proporción de la cantidad de estireno injertado con elastómero y la cantidad total de estireno polimerizado en el sistema de reacción) que el azobisisobutironitrilo, y que su eficiencia aumenta con el incremento de la concentración del elastómero y con la disminución de la concentración de monómero e iniciador.

También se encontró, que el modo de reacción de terminación que ocurre entre dos radicales es independiente de la presencia de elastómero y de la constante de crecimiento de la cadena del radical poliestireno.

En el proceso de reacción mismo, cuando una cierta cantidad de estireno en la solución estireno-elastómero ha sido convertida en polímero (generalmente de 5-10%, dependiendo del tipo y cantidad de elastómero, de la temperatura y cantidad de polímero injertado en la goma) ocurre una separación de la fase con la solución estireno-elastómero. Existe una fase continua y el poliestireno-estireno en forma de gotitas dispersadas, cuando la polimerización está próxima a completarse, las fases se invierten y ahora es el polímero con el elastómero injertado el cual se encuentra en forma de gotitas dispersadas.

5.1.2 Procesos de Obtención de Poliestireno de Alto Impacto

Los procesos descritos a continuación corresponden a polimerización en suspensión :

En general las obtenciones proceden con la disolución del elastómero en estireno hasta que un determinado porcentaje (~10-15%) del monómero ha polimerizado. Luego, esta solución es vertida a un reactor que contiene agua, un agente de suspensión (dispersante) y la polimerización se continúa hasta las condiciones de polimerización en suspensión [18].

La proporción de la cantidad de material monomérico contenido en el compuesto vinil aromático y goma, depende del propósito a destinar el polímero endurecido.

Un aumento en la proporción del elastómero, produce un aumento en la flexibilidad y en la fuerza de impacto.

Una formulación contiene :

- a) Ingredientes básicos : estireno, copolímeros de estireno, etc.
- b) Iniciadores : generalmente son peróxidos orgánicos solubles en la mezcla monomérica como peróxido de benzóilo, peróxido de laurilo, peróxido de diterbutilo, azocompuesto como alfa-alfa-azo-bis-isobutironitrilo o mezcla de estos compuestos.
- c) Agentes de suspensión : tales como Polivinil alcohol, copolímeros de ácido acrílico con ésteres vinílicos de ácidos carboxílicos como ácido acrílico, etc.
- d) Algunos aditivos como : i) mercaptanos [31] usados frecuentemente para controlar el peso molecular del polímero, ii) aceites minerales [32, 33], su función es principalmente como plastificantes, causando una reducción en la viscosidad y facilitando la incorporación de los rellenos.

También se menciona la preparación de perlas transparentes y la disminución de la cantidad de agua adsorbida por estas.

El grado de agitación requerido para formar la mezcla monomérica y agua dentro de la suspensión depende de factores como la forma de la vasija de reacción, el método usado para la agitación y la cantidad y eficiencia del agente de suspensión empleado.

Los productos obtenidos están determinados principalmente por su propiedad de fuerza de impacto, ya que de ella se hace referencia en la bibliografía. Las otras propiedades generalmente no son mencionadas.

Se determinaron 8 procedimientos para la obtención de poliestireno de alto impacto, utilizando polimerización en suspensión.

5.1.3 Polímeros Acrilonitrilo-Butadieno-Styrene (ABS)

Los polímeros ABS se consideran generalmente como una clase especial de polímeros de alto impacto. Ellos representan una combinación extraordinariamente deseable de propiedades mecánicas, térmicas, químicas y eléctricas, de fácil procesamiento y de un precio moderado. En el campo de la ingeniería de plásticos, los polímeros ABS pueden ser clasificados como resinas de nylon, resinas de acetales y policarbonatos [30, 34].

Los plásticos ABS son un grupo de materiales obtenidos a base de acrilonitrilo, butadieno y estireno, que han adquirido una gran importancia comercial y suelen ser clasificados como un tipo especial de poliestireno de alto impacto.

Aunque cada uno de los monómeros aporta a estos plásticos sus propiedades características, sin embargo, es necesario realizar la mezcla de dos tipos de copolímeros para conseguir un producto adecuado. Esto hace que puedan considerarse dos etapas en su obtención:

- a) Síntesis de los copolímeros
- b) Mezcla de los copolímeros

A su vez, el desarrollo de estos materiales ha tomado dos direcciones principales, que han dado lugar a dos tipos básicos de plásticos y a los que se les ha dado los nombres de tipo B y tipo G.

El tipo B se obtiene mezclando un copolímero de estireno-acrilonitrilo con otro de butadieno-acrilonitrilo. El tipo G, por mezcla de un copolímero de estireno-acrilonitrilo y otro obtenido injertando una mezcla de estireno y acrilonitrilo en polibutadieno, pudiendo en ambos tipos variar la proporción de cada monómero en cada uno de los copolímeros y en la mezcla total. De esta forma se consiguen materiales termoplásticos con propiedades sumamente variadas.

La composición del copolímero estireno-acrilonitrilo normalmente varía entre el 24 y 30% de acrilonitrilo, siendo necesario que posea una elevada homogeneidad química, pues de lo contrario sus propiedades se ven afectadas nocivamente. Este copolímero puede obtenerse por las técnicas generales de polimerización de adición vía radical.

El copolímero butadieno-acrilonitrilo tiene un contenido en acrilonitrilo alrededor de 30% y se obtiene por polimerización en emulsión, utilizando agua como medio dispersante y persulfato potásico como iniciador, y se añade un agente modificador o regulador (agente de transferencia), para el control del peso molecular. Para aumentar la eficiencia del iniciador se adiciona un agente reductor, tal como un aldehído, un sulfito a una poliamida en presencia de un metal polivalente.

El copolímero de injerto de estireno-acrilonitrilo en polibutadieno se obtiene polimerizando una mezcla de estireno y acrilonitrilo en presencia de un látex de polibutadieno, utilizando como agente iniciador persulfato potásico. En este copolímero la relación del peso de acrilonitrilo más estireno a polibutadieno varía entre 1 y 2, dependiendo de las propiedades finales que se han de obtener. La relación en que se encuentran las concentraciones

de estireno y acrilonitrilo es la misma que en el copolímero de estos monómeros con el que se ha mezclado el copolímero de injerto. La reacción de copolimerización puede controlarse de manera que los monómeros queden total o parcialmente injertados en el polibutadieno.

Los compuestos de butadieno utilizados en los plásticos ABS sufren fácilmente una oxidación degradativa. Por esto, es importante la adición de un agente antioxidante a fin de evitar degradaciones en los procesos de transformación.

La segunda etapa de la obtención de los plásticos ABS, o mezclado de los copolímeros, puede realizarse por fusión de los dos copolímeros seguida de una coagulación de la mezcla con un ácido o una sal.

Estos materiales son generalmente rígidos en condiciones normales y tienen excelente fuerza de impacto a bajas temperaturas y ambiente.

Esta combinación de dureza, fuerza de impacto y resistencia a solventes hacen a los polímeros ABS particularmente adecuados para aplicaciones con altas exigencias. Otro importante atributo de varios polímeros ABS, es la mínima tendencia a orientarse o desarrollar anisotropía mecánica durante el moldeo.

En conclusión, este tipo de polímeros de alto impacto, presentan facilidad de fabricación y producción por moldeo y extrusión, con excelente calidad de presentación, siendo posible decorarlos por variadas técnicas.

Los productos comerciales se conocen como : Royalite, Kralastic, Cicolac, Abson, Lustran, Cyclon, Blender, etc.

Se determinan 2 procedimientos para la obtención de plásticos ABS.

5.1.4 Comentarios

En general, los procesos obtenidos por la búsqueda bibliográfica, muestran ser compatibles para su implementación en una planta multiproducto destinada inicialmente para la obtención de poliestireno para propósitos generales y/o expansión (Figura 5.3). Sin embargo, existen ciertas consideraciones importantes a tener en cuenta :

- a) La producción de HIPS muestra ser, en la mayoría de las descripciones, de fácil y simple acceso, pero en realidad estas reacciones presentan complicaciones o dependencias de algunas variables de reacción en forma aún más drásticas (sensibles) que en los procesos de obtención de poliestireno de uso general. Variables como la concentración y eficiencia del agente de suspensión, forma de la vasija de reacción, tipo de agitación, etc., son absolutamente determinantes para las propiedades del poliestireno de alto impacto.

Esto queda demostrado en diversos procesos, los cuales se han llevado a cabo manteniendo invariables la concentración, tipo de materias primas, la forma del recipiente de reacción, y se ha efectuado variación sólo en la velocidad de agitación durante el proceso y los resultados obtenidos muestran una diferencia drástica en las propiedades del producto, tales como textura superficial, fuerza de tensión, fuerza de impacto, temperatura de ablandamiento, etc.

Luego, el estudio y determinación de las condiciones óptimas de reacción es la primera exigencia en la producción de HIPS.

- b) Si consideramos que las condiciones experimentales han sido establecidas y ellas no influirán en las propiedades del poliestireno (HIPS), es decir la reacción se independiza de dichas variables, entonces sus propiedades dependen ahora del tipo y concentración del polímero a injertar, del tipo y concentración del iniciador, y de ciertos aditivos. Luego la elección del método de obtención del HIPS pasa primero por definir las propiedades requeridas del poliestireno, las cuales a su vez están determinadas por el uso que se le dará.
- c) A diferencia del poliestireno para propósitos generales, en los cuales las propiedades quedan generalmente definidas por el peso molecular (el que es fácilmente determinado) y la distribución de tamaño de las perlas, las propiedades de los HIPS deben ser determinadas por métodos físicos y mecánicos.

Si se desea producir este tipo de polímeros es necesario, entonces, disponer de la infraestructura adecuada para la medición de sus propiedades o, contar con la prestación de dichos servicios otorgados por alguna institución. De cualquier manera, los métodos de análisis de dichas propiedades (contenido de volátiles, textura superficial, fuerza de tensión, punto de ablandamiento, fuerza de impacto, etc.), están estandarizados y descritos en la literatura [18, 35, 36, 37].

d) Por último, es necesario considerar que una vez definidos a) y b), ello significa establecer el tipo de elastómero a injertar. Con ello entonces determinar si dicho elastómero se encuentra disponible comercialmente o se obtendrá como un proceso previo o paralelo a la producción de HIPS. Esta última alternativa requiere de un estudio separado de los procesos de obtención de dichos elastómeros.

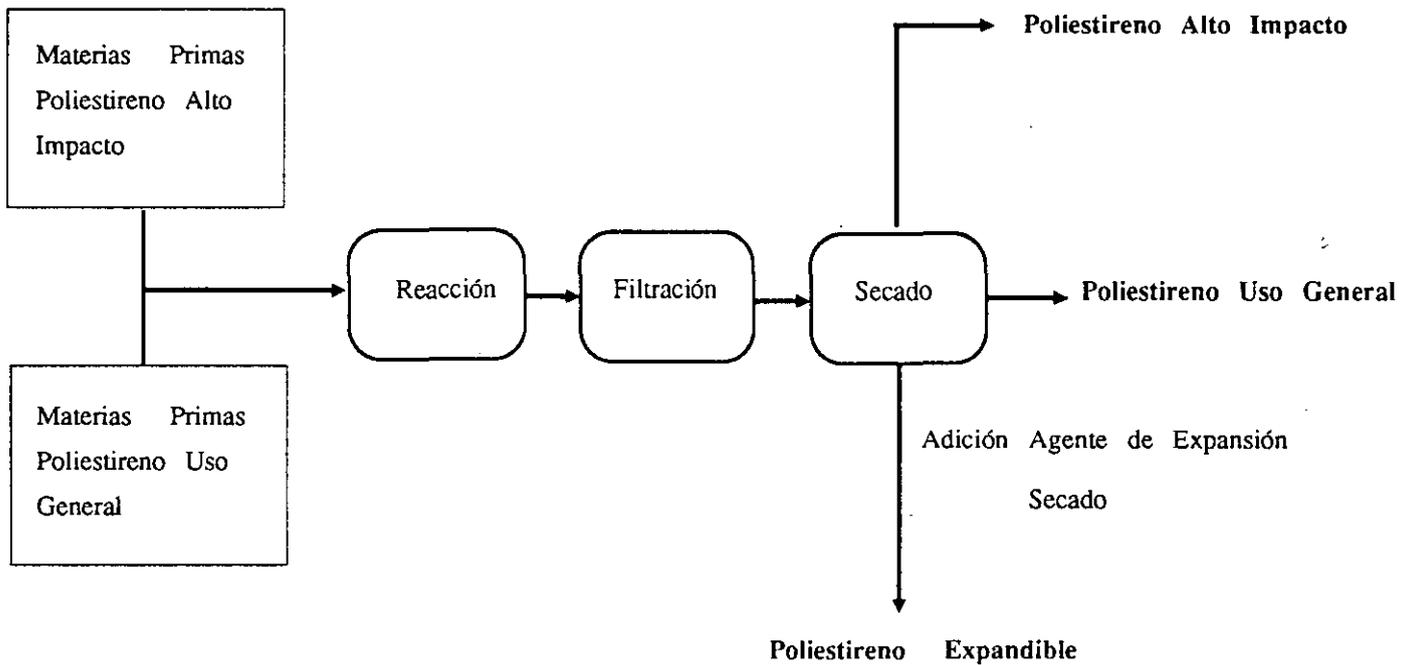


Figura 5.3 : Planta Multiproducto de Poliestireno

5.2 Desarrollo Experimental

La polimerización en suspensión, se refiere a una técnica especial de polimerización de monómeros insolubles en una fase dispersante, comúnmente agua. En el caso de monómeros vinílicos insolubles en agua, tales como estireno, metacrilato de metilo, cloruro de vinilo, acetato de vinilo, etc., el agua es el medio dispersante preferido debido a su disponibilidad, bajo costo, y muy baja solubilidad de los monómeros ya mencionados, en este medio.

Generalmente, se suspende un monómero insoluble en agua con una mayor cantidad de esta última, mediante agitación vigorosa. El monómero se encuentra disperso en forma de glóbulos (gotas) esféricos, cuyos diámetros, que varían entre 0,1 y 1,0 mm, dependen principalmente de la velocidad de agitación empleada.

Los peróxidos orgánicos son normalmente usados como iniciadores en este tipo de polimerización, siendo éstos solubles en el monómero, pero insolubles en agua.

Estos compuestos generan, debido a la descomposición térmica, radicales libres, que, dependiendo de la naturaleza estructural del iniciador, de su concentración y de la temperatura utilizada, al cabo de un tiempo dan comienzo a la polimerización, aumentando la viscosidad de los glóbulos de monómero. A medida que progresa la polimerización, ocurre una mayor conversión de monómero a polímero lo que a su vez resulta en un aumento sustancial de la viscosidad de cada glóbulo y por ende de la adherencia de su superficie. En consecuencia, cuando el grado de conversión alcanza entre un 20 a 60%, la aglomeración del polímero se convierte en un factor crítico.

El uso de un agente de suspensión (coloide protector), con carácter hidrofílico permite manejar esta aglomeración. La concentración necesaria de agente de suspensión, es normalmente baja comparada con la concentración de monómero y la cantidad de agua utilizada en la reacción. Se puede postular que el rol del agente de suspensión es la formación de una película muy delgada en la interfase, produciendo un efecto repelente entre las perlas del polímero.

En general, existen dos tipos de agentes de suspensión recomendados para la polimerización en suspensión :

- a) Compuestos macromoleculares solubles en agua, tales como gelatina, agar-agar, pectinas, alginatos, metilcelulosa, alcohol polivinílico, poliácridatos (o metacrilatos), polivinilpirrolidona, polimetacrilamida y polimetilviniléteres.
- b) Minerales o sales finamente divididas que son insolubles en el agua, tales como fosfato tricálcico, sulfato de bario, kieselgur y bentonitas.

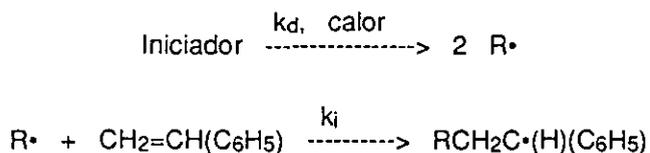
Además de los agentes de suspensión, es necesario adicionar, en algunos casos, un electrolito no polimérico como son algunas sales inorgánicas fuertemente disociadas en medio acuoso. El rol de este tipo de electrolito es elevar la tensión interfacial y estabilizar el grado de acidez (pH) de la reacción.

Como se mencionó anteriormente, la iniciación de la polimerización se lleva a cabo mediante la adición de un iniciador, por ejemplo peróxidos orgánicos. Estos compuestos se descomponen térmicamente y producen radicales libres, los que inician la polimerización de olefinas activas. El peróxido de benzoilo se descompone térmicamente y produce radicales fenilos, según se esquematiza en la siguiente ecuación :



La velocidad de descomposición de los peróxidos orgánicos, expresada a través de su tiempo de vida media, depende de la temperatura empleada y de su estructura química. Así, la vida media del peróxido de benzoilo a 80°C, es de aproximadamente 4 horas, disminuyendo a sólo 75 minutos a 90°C; por otra parte la vida media del perbenzoato de terbutilo (Terbutilperoxibenzoato) a 80°C es cercana a las 300 horas y a 90°C se reduce a 70 horas. Este último iniciador es más estable y permite el uso de temperaturas más altas.

Cuando se generan radicales libres en presencia de un monómero vinílico, como el estireno, el radical proveniente del iniciador se adiciona al doble enlace con la producción de otro radical proveniente del monómero. Si el radical formado por la descomposición del iniciador se designa por R•, la etapa de iniciación es :

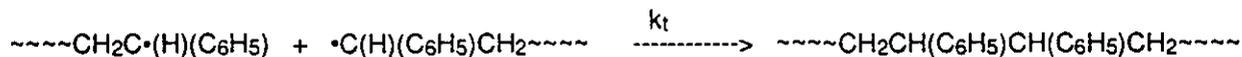


La generación del radical del monómero es característica de las reacciones en cadena, puesto que este nuevo radical es capaz de adicionarse a otras moléculas de monómero, dando lugar a una nueva etapa de propagación :

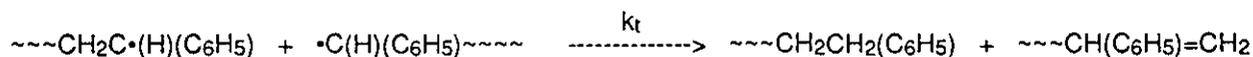


La propagación podría continuar hasta que el suministro de monómero se agote. Sin embargo, lo que generalmente ocurre, es el acoplamiento de dos radicales para dar lugar al término de la polimerización : etapa de terminación. En consecuencia, siendo el radical del iniciador más activo que el proveniente del monómero, se hace necesario el uso de una baja concentración del iniciador para evitar que su radical participe prematuramente en la etapa de terminación, originando polímeros de bajo peso molecular. La etapa de terminación de polimerización, puede tener lugar de dos formas :

a) Combinación o acoplamiento de dos cadenas poliméricas en crecimiento:



b) Desproporción o abstracción de un átomo de hidrógeno :



dando como resultado la formación de dos macromoléculas, una con un grupo insaturado terminal, y otra con un grupo saturado terminal.

Los estudios efectuados por Bevigton [38, 39], muestran que a temperaturas de polimerización superiores a 60°C el poliestireno termina predominantemente por combinación (a). En cambio a temperaturas más bajas la terminación puede ocurrir por cualquiera de los mecanismos mencionados.

La cinética de polimerización en suspensión, es idéntica a la de polimerización en masa, ya que cada gota de monómero constituye un sistema de polimerización en masa, independiente de las otras gotas presentes en la reacción. Por lo tanto, en el proceso de polimerización en suspensión intervienen las etapas de iniciación, propagación y terminación. Consecuentemente las velocidades relativas de cada etapa, la temperatura y la concentración del iniciador (relativa a la concentración de monómero), determinan la velocidad total de la polimerización y también el peso molecular del polímero obtenido. Se ha confirmado experimentalmente que la velocidad de polimerización es proporcional a la raíz cuadrada de la concentración del iniciador ($V_p \propto [I]^{1/2}$). Es decir, un aumento en la concentración del iniciador aumentaría la velocidad de polimerización, pero el peso molecular del polímero disminuye. Igualmente, un aumento en la temperatura de reacción aumentaría la velocidad de polimerización y como consecuencia disminuye el peso molecular del polímero obtenido ($V_p \propto T$). Este esquema cinético es particularmente válido en el caso de la polimerización de estireno iniciada por peróxido de benzoilo, en donde la reacción presenta una cinética de primer orden hasta que se alcanzan conversiones muy elevadas.

Según las consideraciones anteriores, es evidente que los principales factores que hay que considerar al estudiar una polimerización en suspensión, son los siguientes :

- naturaleza del agente de suspensión
- razón monómero/agua
- razón agente de suspensión/monómero
- razón iniciador/monómero
- razón electrolito/monómero
- temperatura
- tiempo de reacción
- velocidad de agitación

Los objetivos que involucra la obtención de poliestireno de uso general a escala de laboratorio son los siguientes :

- a) Diseñar reacciones de polimerización de estireno en suspensión para definir la estabilidad del sistema (obtención de poliestireno en forma de perlas).
- b) Obtener poliestireno de pesos moleculares, mayores que 170.000, teniendo en consideración el tamaño promedio de las perlas y el rendimiento de la reacción.
- c) Optimizar la reacción a través del aumento del rendimiento (conversión), disminuyendo el porcentaje de estireno residual contenido en las perlas.

Los estudios experimentales realizados para determinar un proceso de obtención de poliestireno de uso general, se pueden dividir en :

- i) Experiencias Preliminares
- ii) Experiencias a Escala de Laboratorio
- iii) Experiencias a Escala de Banco

5.2.1 Poliestireno de Uso General

El desarrollo experimental se realizó a volumen de reacción constante, de acuerdo a las capacidades de los reactores utilizados. Como iniciador de la polimerización se utilizaron dos catalizadores orgánicos, por separado o bien una mezcla de ambos en proporciones definidas. Las reacciones se efectuaron utilizando agua como medio dispersante y diferentes agentes de suspensión, dos de tipo orgánico y uno inorgánico. El procedimiento utilizado se detalla en 3.2.1.

El agente de suspensión inorgánico es insoluble en agua y por lo tanto su grado de dispersión en este medio depende del tamaño de sus partículas y la velocidad de agitación empleada. La capacidad del compuesto inorgánico de actuar como agente de suspensión (coloide protector), se debe a que forma una dispersión en el medio de reacción con lo cual recubre las gotas de monómero suspendidas en el medio, evitando que se aglomeren.

Un segundo efecto es la disminución en la movilidad de las gotas de monómero, impidiendo que las gotas de monómero entren en contacto.

Las experiencias fueron diseñadas de acuerdo a los resultados obtenidos en ensayos previos. El reactor utilizado es de 1 litro de capacidad y el volumen total de la reacción fue de 0,5 litros. En esta serie de experiencias se utilizaron dos reactores de igual capacidad, pero de distintas formas geométricas.

Después de varias pruebas, 12 en total, se pudo comprobar que el sistema que proporciona este agente de suspensión inorgánico es inestable, ya que se ve fuertemente afectado por la geometría del reactor, razón monómero/agua y velocidad de agitación, debido fundamentalmente que al tratarse de una sustancia insoluble en el medio acuoso su dispersión no resulta homogénea y por lo tanto el sistema se aglomera.

Con el objetivo de lograr un sistema suficientemente estable se realizan experiencias con un alcohol orgánico, que actúa como agente de suspensión. Se comienzan las pruebas experimentales con las razones utilizadas en el caso del agente de suspensión inorgánico.

En las experiencias se estudia el efecto de la relación alcohol orgánico/monómero y de la viscosidad del agente de suspensión sobre la estabilidad del sistema. Se puede observar que en estos casos el sistema se comporta en forma relativamente estable obteniéndose en todas las experiencias perlas de poliestireno de diámetro promedio entre 0,48 mm hasta 0,84 mm, pero deformes.

El tamaño de las perlas obtenidas es pequeño ya que el este agente de suspensión, al ser soluble en el agua, tiende a reducir la tensión superficial y al mismo tiempo a aumentar la viscosidad de la fase acuosa, lo que impide que las gotas pequeñas del monómero se junten para formar glóbulos más grandes impidiendo a su vez la aglomeración.

Los pesos moleculares de los polímeros obtenidos, son relativamente bajos ($\bar{M}_v = 41.000-54.000$) para las aplicaciones que se proyectan. Los rendimientos oscilaron entre 87% hasta 96%.

La deformación de las perlas y los bajos pesos moleculares obtenidos con el uso del alcohol orgánico, determinó el estudio de otro compuesto orgánico como agente de suspensión.

El comportamiento del compuesto orgánico 2 como agente de suspensión es similar al del alcohol orgánico, es decir actúa aumentando la viscosidad del agua dispersante lo cual requiere una alta solubilidad del agente sin disociar en agua. Debe considerarse que al usar este agente de suspensión existe la posibilidad de producir simultáneamente, una polimerización en suspensión y una polimerización en emulsión, si se aumenta excesivamente la cantidad utilizada.

Nuevamente las condiciones de reacción (relaciones monómero/agua, agente de suspensión/monómero, iniciador/monómero), fueron estimadas de acuerdo al conjunto de experiencias previas.

La estabilidad del sistema así como también su reproductibilidad es baja en las primeras experiencias. Debido a esto se agregó al sistema un electrolito no polimérico, ya que es sabido que los electrolitos actúan elevando la tensión interfacial lo cual influye sobre la facilidad de formación de los glóbulos de polímero por efecto de la agitación, durante su etapa de transición a perlas más duras. Además, coadyuva a la estabilidad del sistema ya que la tensión interfacial alta hace que los glóbulos al chocar tiendan a rebotar en lugar de coalescer.

Para comprobar los efectos recién mencionados se diseñaron las experiencias para definir las razones monómero/agua, electrolito/monómero, compuesto orgánico 2/monómero que permitieran un sistema estable, y obteniendo un aumento en el rendimiento y un peso molecular promedio del polímero alrededor de 60.000. Por otra parte, el diámetro promedio de las perlas obtenidas oscila entre 1,38 y 1,80 mm.

Los resultados obtenidos en la estabilización del sistema permite definir a este compuesto orgánico como el agente de suspensión más adecuado para la polimerización en perlas, por lo tanto se utilizó este agente en un estudio sistemático de pesos moleculares y de optimización de las polimerizaciones.

Conseguida la estabilización del sistema, se diseñan experiencias, con el objetivo de aumentar el peso molecular del polímero para lo cual es necesario modificar tanto la relación iniciador/monómero, como seleccionar el tipo de iniciador utilizado. Los iniciadores usados fueron 2 compuestos del tipo peróxido. Ambos iniciadores difieren en su rango operativo de temperatura. De este modo uno de ellos, es utilizado a temperaturas sobre 100 °C, para tener una conversión de monómero suficientemente alta, a un tiempo de polimerización razonable.

La idea subyacente al utilizar una mezcla de iniciadores se basa en mantener una concentración de radicales libres relativamente constante y baja en el transcurso del tiempo en el cual se efectúa la polimerización. Esto es importante ya que el incremento de peso molecular promedio es inversamente proporcional a la concentración de las radicales del iniciador presentes en el seno de la reacción de modo de disminuir la probabilidad de encuentro de dos especies radicálicas lo cual conduciría a una reacción de terminación.

Todas las experiencias realizadas hasta este momento, se han efectuado a escala de laboratorio y a presión atmosférica lo cual impide el uso de temperaturas superiores a 94°C, ya que el sistema entra en ebullición y por lo tanto no se puede alcanzar el rango operativo de uno de los catalizadores utilizados.

Se realizan un conjunto de experiencias realizadas a escala de banco utilizando un reactor en el cual se puede trabajar a presiones adecuadas para poder elevar la temperatura del sistema hasta ~135°C (~3,6 bar).

Las experiencias se realizan con aumentos escalonados de temperatura. La programación más eficiente será aquella que considere un apropiado escalamiento temperatura-tiempo, aprovechando los rangos operativos (vidas medias), de cada uno de los iniciadores empleados.

El conjunto de estos factores permitió disminuir el contenido de estireno residual en las perlas hasta un 0,6%, obteniendo además pesos moleculares de 200.000 y perlas de diámetro promedio 1,5 mm.

A través de las experiencias ha sido optimizada cada una de las respuestas del sistema rendimiento, peso molecular, contenido de estireno, diámetro de partícula. La "receta" definida en esta etapa, se utilizará en las experiencias a escala piloto.

5.2.2 Poliestireno Expandible

El procedimiento experimental utilizado se describe en 3.2.2. Como se mencionó, el desarrollo experimental de esta etapa se realiza a escala de banco, ya que es una reacción para la cual se necesita un reactor que pueda ser operado a presión (Figura 3.2).

El objetivo de esta etapa es obtener perlas expandibles, es decir perlas de poliestireno que al ser sometidas a un proceso de expansión, mediante tratamiento con calor, se expandan cambiando así su densidad y apariencia, pasando de perlas duras a las conocidas pelotitas de plumavit. Las condiciones que debe cumplir la perla una vez expandida son :

- a) Aumentar de tamaño.
- b) Conservar el tamaño y la esfericidad una vez terminado el proceso de expansión. Es decir no deben contraerse.
- c) Poseer una estructura homogénea.

En la reacción de adición de agente de expansión, se deben añadir además agentes de suspensión, agentes plastificantes y agentes modificador de superficie.

El agente de expansión que se utiliza es un hidrocarburo volátil de fácil disponibilidad comercial y el agente de suspensión es el mismo utilizado en la etapa de reacción de polimerización para la obtención de poliestireno de uso general (5.2.1).

Dado estos agentes como base, se inician las experiencias para probar los distintos tipos de agentes plastificantes y agentes modificadores. Los agentes a utilizar fueron seleccionados utilizando la información recopilada desde patentes y se realizaron pruebas experimentales con cada uno de ellos para estudiar su efecto.

Lamentablemente, no se conocen los mecanismos de acción de estos compuestos, por lo que se debió utilizar los resultados obtenidos en cada experiencia para planificar las pruebas posteriores. A esto se debe añadir, que los resultados obtenidos en la producción de perlas expandibles, es altamente dependiente de la "receta" de polimerización utilizada en la etapa anterior.

Después de varias experiencias, se obtienen perlas expandibles, que cumplen con los requisitos antes enumerados.

Las condiciones de reacción de esta etapa, permiten la utilización del reactor piloto de polimerización, sin ningún acondicionamiento adicional.

5.3 Diseño Reactor de Polimerización a Escala Piloto

5.3.1 Material de Construcción

En la construcción de reactores de polimerización son ampliamente utilizados el acero inoxidable y el acero vidriado. En la elección del material en este caso, no se considera tanto el problema de corrosión, pero si el de contaminación y facilidad de limpieza.

De acuerdo a los requerimientos del reactor de polimerización éste puede estar construido de acero inoxidable del tipo 304, el cual contiene aproximadamente un 18% de cromo y un 8% de níquel y es conocido comúnmente en Europa como Acero Industrial 18/8. En la fabricación e implementación del reactor se deben tomar precauciones en las soldaduras, pues en presencia de las elevadas temperaturas que se desarrollan en estas operaciones, la calidad original del acero inoxidable puede resentirse y perder sus propiedades.

Por otra parte, se deben someter todas las superficies en contacto con la mezcla reaccionante a un pulimiento de acabado del tipo N° 4.

En nuestro país, este material recibe el nombre de Acero Inoxidables AISI 304 [40] y tiene un contenido de carbono ($< 0,05\%$), cromo (18,5%) y níquel (10,5%), correspondiendo a un acero inoxidable del tipo austénico al cromo, níquel, tipo 18/8, de bajo contenido de carbono y buenas características de resistencia a la corrosión, durabilidad y pulimiento.

Aunque comúnmente se cree que los aceros inoxidables constituyen los mejores materiales de construcción y que resisten toda clase de agentes químicos, esto no es así, pues tienen sus limitaciones. Por ejemplo, en presencia de ácidos a temperaturas superiores a la normal, sufren cierta corrosión. Tampoco son eficaces ante otros productos corrosivos, tales como el cloro gaseoso y el yodo.

Finalmente, se debe dejar establecido que no se puede utilizar en el manejo del estireno prácticamente ningún material plástico, ya sea en forma de tuberías, sellos, etc.

5.3.2 Sistema de Agitación

En orden a discutir cuantitativamente los requerimientos del reactor piloto de polimerización, es conveniente agrupar los tipos de polimerización en tres ítems de agitación (Tabla 5.1).

La máxima viscosidad alcanzada durante la reacción es un factor que determina en gran medida el tipo de agitación requerido. Como medio de agitación la turbina es la más utilizada en la industria de polímeros, pues tiene un rango de aplicación mayor (hasta 100.000 cp).

Tabla 5.1
Clasificación de la agitación en Reactores de Polimerización

Procesos Clásicos de Polimerización	Clasificación de la Agitación	Observaciones
<ul style="list-style-type: none"> - Polimerización en Suspensión - Polimerización en Solución (Polímero insoluble en el solvente) - Polimerización en Masa (Polímero insoluble en el solvente) 	I) Líquido - Sólido (Sensibilidad menor al esfuerzo cortante)	La viscosidad de la fase líquida raramente es superior a 100 cp. Se usan exclusivamente agitadores de turbinas. El esfuerzo cortante influencia el tamaño de partícula de los polímeros sólidos.
<ul style="list-style-type: none"> - Polimerización en Emulsión 	II) Líquido - Sólido (Sensibilidad pronunciada al esfuerzo cortante)	La viscosidad raramente excede los 3.000 cp. Se emplean agitadores de turbina con baja esfuerzo cortante.
<ul style="list-style-type: none"> - Polimerización en Masa (Polímero soluble en el monómero) - Polimerización en Solución (Polímero soluble en el solvente) 	III) Líquido - Líquido (Sensibilidad menor al esfuerzo cortante)	<ul style="list-style-type: none"> - Con viscosidad menor igual a 75.000 cp. - Con viscosidad en el rango de 75.000-100.000 cp, es posible utilizar turbina, así como agitadores para alta viscosidad. - Con viscosidad > 100.000 cp se usan exclusivamente agitadores para alta viscosidad (hélice, ancla, etc.)

Ref.: [41]

El proceso de diseño del tipo de equipo a utilizar debe :

- Satisfacer los requerimientos de transferencia de calor.
- Combatir la tendencia a aglomerarse de las perlas de polímero.
- Conseguir la distribución de partículas deseada para las perlas de polímero sólido.

Muchos reactores de polimerización de sistemas sólido-líquidos, son inapropiados para la instalación de aún una mínima cantidad de serpentines o paneles para la transferencia de calor, debido al ensuciamiento de las superficies y la pérdida del control del batch.

Combatir la característica de adherencia que presentan las perlas de poliestireno, tanto entre sí como a las superficies con las cuales entra en contacto, es una demanda muy importante que debe cumplir el diseño del sistema de agitación para una polimerización en suspensión.

En particular se debe prestar atención a la superficie del líquido, debido a que es una de las zonas de más difícil control en el batch, siendo justamente en esta zona en donde el polímero tiende a aglomerarse en polimerizaciones en suspensión. En estos casos es útil utilizar pequeños desviadores a fin de minimizar la producción de vórtice en la superficie del batch.

Dado un reactor de dimensiones fijas, la intensidad de la agitación y la velocidad en el extremo de la hélice son los principales factores responsables de la distribución del tamaño de partículas en las perlas de poliestireno producidas. Normalmente las decisiones finales en esta área se realizan a escala piloto, y es por ello que se debe contar con la flexibilidad suficiente que permita ajustar estos valores en esta escala.

5.3.3 Dimensionamiento

Las dimensiones del reactor y las dimensiones y ubicación del agitador, desviadores y cualquier otro aditamento interno, son factores que influyen la cantidad de energía requerida para alcanzar un determinado tipo de agitación o calidad de mezclado.

El arreglo interno que se adopte depende de los objetivos de la operación, ya sea para mantener la homogeneidad en una mezcla reaccionante, obtener una suspensión de sólidos, una dispersión de gases o para mejorar la transferencia de calor o masa.

En la Figura 5.4, se entrega el esquema básico del reactor que permite ilustrar sus componentes y entregar la nomenclatura que será utilizada en el diseño.

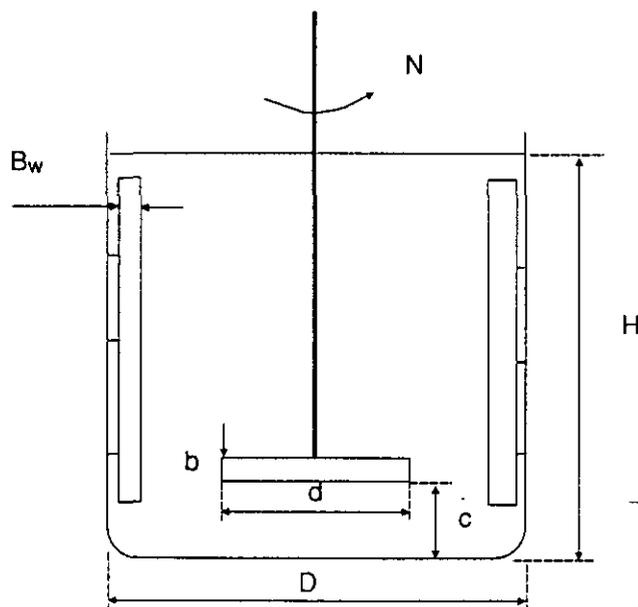


Figura 5.4 : Esquema Básico del Reactor

en donde :

D : Diámetro interno del Reactor

d : Diámetro del Agitador

H : Nivel de Líquido en reposo

c : Claridad de la Hélice con respecto al fondo del Reactor

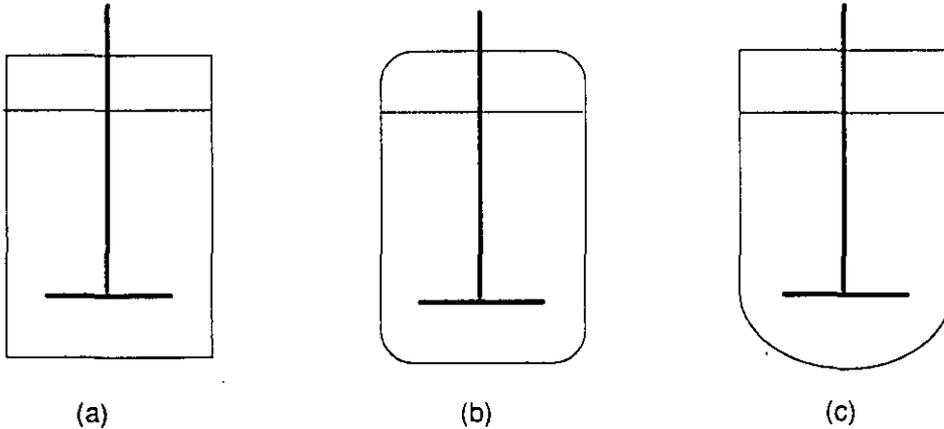
b : Ancho de las Paletas del Agitador

B_w : Ancho del Desviador

N : Velocidad de Agitación

1) Forma del Reactor

De acuerdo a la forma del fondo del reactor se pueden clasificar, para las sistemas sólido-líquidos, en tres tipos (Figura 5.5).



- a) Reactor cilíndrico de fondo plano
- b) Reactor cilíndrico con fondo cóncavo
- c) Reactor cilíndrico con fondo redondeado

Figura 5.5 : Clasificación de Reactores según Tipo de Fondo

Se recomienda utilizar un fondo cóncavo (b), pues se requerirá menos potencia para alcanzar un determinado grado de agitación, comparado con el caso de un reactor de fondo plano (a) [42].

ii) Suspensión de sólidos

El problema de la suspensión de sólidos es considerablemente más complejo que para el caso de agitación de una fase líquida simple, debido a que una segunda fase se está moviendo en el reactor. Este problema, se agrava aún más si se consideran las particulares condiciones de una reacción de polimerización en suspensión, en donde los sólidos pasan por un estado en que tienden a coagular. En general, la suspensión de sólidos en una fase líquida dependerá de los requerimientos del proceso y las propiedades de los sólidos.

De acuerdo al grado de suspensión que se obtiene, se puede clasificar la suspensión de sólidos en tres tipos (Figura 5.6) [29, 43].

a) Suspensión Parcial :

Algunos sólidos permanecen en el fondo del reactor por cortos períodos de tiempo. Aquí todas las partículas están en movimiento independientemente de su tamaño. Las partículas más pequeñas o livianas, pueden quedar suspendidas a una mayor altura desde el fondo, sin embargo el criterio que gobierna este tipo de suspensión es que todas las partículas alcancen una velocidad, ya sea a lo largo del reactor o en el fondo.

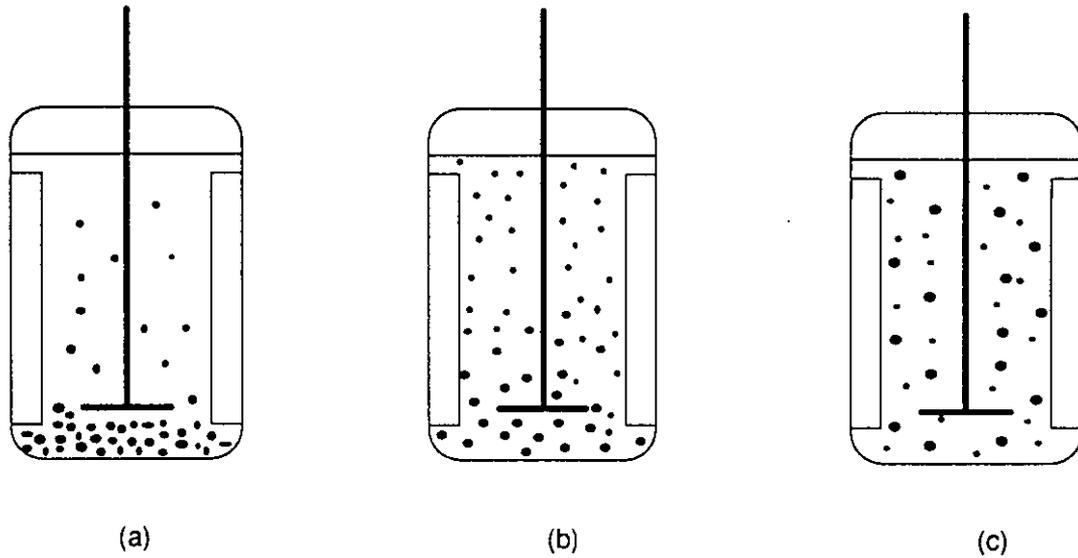
b) Suspensión Completa :

Todas las partículas están separadas del fondo, lo que significa que todas ellas se están moviendo con una velocidad vertical no necesariamente en forma simultánea. Las partículas mayores tienen un movimiento vertical, aún cuando se separen sólo a pequeñas distancias desde el fondo.

c) Suspensión Uniforme :

Todas las partículas están suspendidas uniformemente a través del reactor. La completa uniformidad es un término relativo y está definido como la condición en la cual a incrementos mayores en la velocidad de agitación o potencia, no se verá afectado el perfil de concentración de sólidos a través del reactor.

Para cuantificar el tipo de suspensión se puede utilizar el concepto de velocidad en volumen u_s . Según resultados obtenidos en la suspensión de sólidos [42], para un sistema de polimerización en suspensión, hasta un 98% del nivel del líquido, el valor de u_s entre 0,5 y 0,7, parece ser el más apropiado.



- a) Suspensión Parcial
- b) Suspensión Completa
- c) Suspensión Uniforme

Figura 5.6 : Clasificación de Suspensión de Sólidos

III) Selección y Dimensionamiento del Agitador

La función de cualquier agitador es disipar la energía en la forma de flujo y energía hidráulica. Las características del agitador deben ser consistentes con las demandas de un determinado proceso u operación.

Los factores más importantes en el diseño del agitador son :

- a) Razón d/D
- b) Velocidad de Agitación
- c) Geometría (Número de agitadores, ancho y ángulo de las paletas, forma, etc.)

Las hélices o impulsores se pueden dividir, aproximadamente en dos clases : de flujo axial y flujo radial. La clasificación depende del ángulo que forman las aspas con el plano de rotación de la hélice.

Existe una gran variedad de tipos de agitadores de ambas clases, como se observa en la Figura 5.7 [42].

- a) Hélice de tipo marino de tres paletas; están diseñadas para obtener alta turbulencia. Se usan a relativamente altas velocidades (sobre los 1.800 RPM), en fluidos poco viscosos (<4.000 cp).
- b) Turbina con paletas a 90°; es apropiada para procesos de mezclado de líquidos con viscosidades hasta de 100.000 cp, entregando una alta capacidad de bombeo. Por la simplicidad de su geometría, las turbinas en general han sido investigadas extensamente, contándose en la actualidad con una base más racional para predecir su desempeño, que cualquier otro tipo de agitador.
- c) Turbinas múltiples a 90°; su plato horizontal le confiere una mayor estabilidad.
- d) Turbina con paletas inclinadas a 45°; normalmente se construyen con 2 a 8 paletas, siendo las más comunes de 6. Tienen una excelente combinación de flujo axial y radial y son especialmente efectivas para el intercambio de calor con la camisa o serpientes del reactor.
- e) Turbina de paletas curvadas; son muy apropiadas para dispersar materiales fibrosos sin enredarse. El menor consumo relativo de potencia, al inicio de la agitación, la hace apropiada para agitar sólidos sedimentados.
- f) Turbinas recubiertas; entregan un alto grado de flujo axial y esfuerzo cortante, siendo muy utilizada en emulsión y dispersión.
- g) Agitadores de plato con bordes de dientes de sierra; son muy utilizados en emulsiones y dispersiones. Debido a que el esfuerzo de corte está localizado no se requieren desviadores.
- h) Batidor de jaula; entrega una acción de corte y batido. Normalmente se instala en el mismo eje de un agitador convencional.
- i) Agitador con paletas tipo ancla; se ajustan al contorno del recipiente, previniendo el pegado de los materiales pastosos. Además, promueve una buena transferencia de calor con la pared del reactor.
- j) Agitador con paletas con forma de enrejado; son bastante utilizadas en reactores poco profundos y para materiales de alta viscosidad que requieren bajos esfuerzos de corte. Operan a baja velocidad.
- k) Agitador de eje y brazos huecos; son operados a alta velocidad para recircular gases. El gas entra por la parte superior del eje y es expelido centrifugamente en los brazos. Se usa en procesos de hidrogenación.
- l) Esta disposición de un agitador de tornillo y un serpentín interno para el intercambio de calor, es utilizado para líquidos viscosos y es representativo de los muchos diseños que sirven para aplicaciones especiales en procesos químicos.

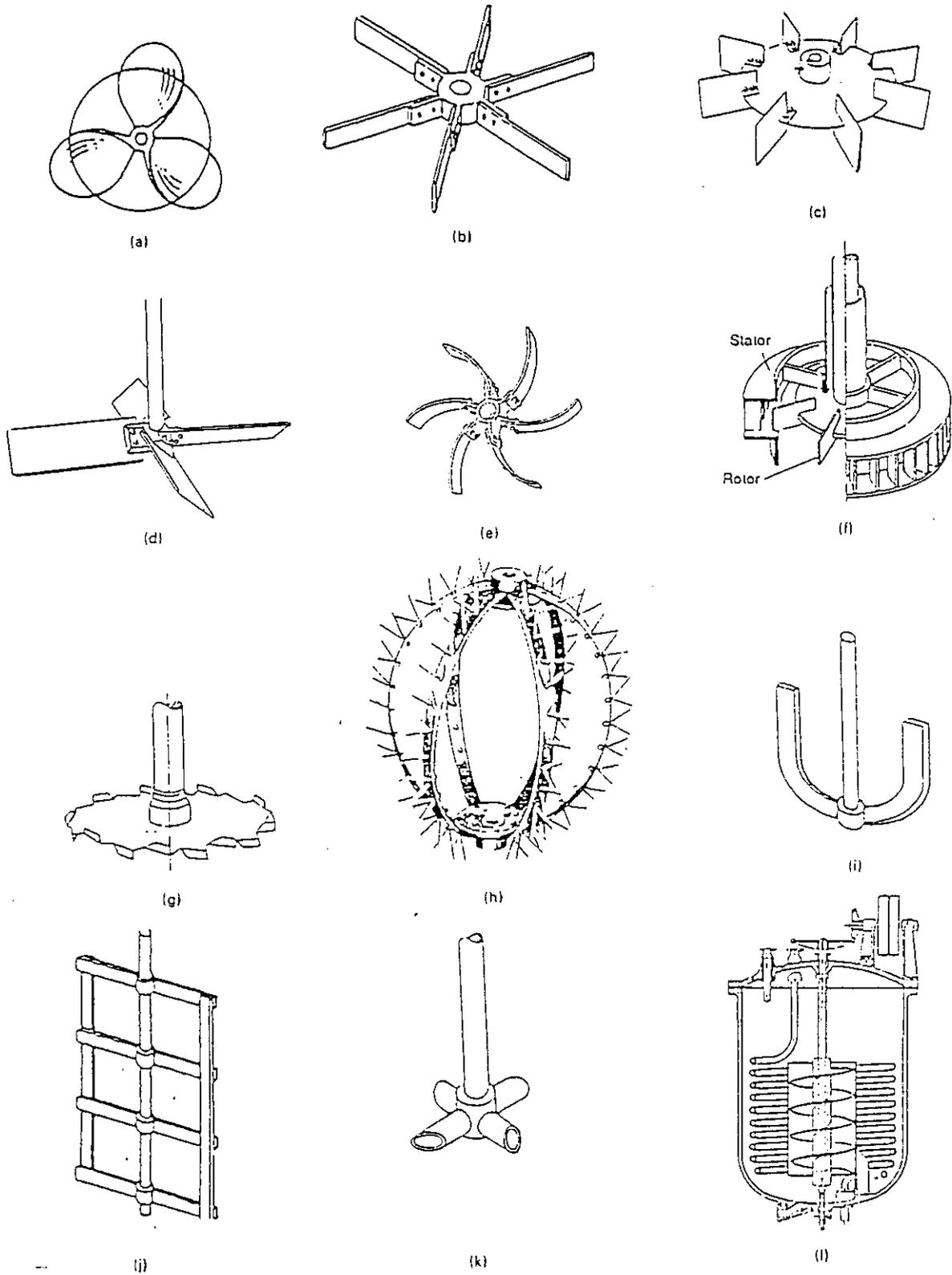


Figura 5.7 : Tipo de Agitadores Representativos

En general para líquidos muy viscosos, los cuales ofrecen una alta resistencia al flujo, se requieren agitadores con razones $d/D > 0,5$, los cuales giran a velocidades reducidas, y tienen como objetivo mezclar completamente el contenido del reactor.

En el otro lado del espectro, se utilizan agitadores de paletas delgadas y $d/D < 0,5$, a velocidades de agitación elevadas para producir dispersión, como es el caso de los pigmentos.

Normalmente, la comparación de agitadores para una operación en particular se realiza en base a los requerimientos de consumo de potencia. Así, la mezcla de materiales muy viscosos se realiza más eficientemente con agitadores de gran diámetro girando a bajas velocidades que con agitadores de pequeño diámetro girando a altas velocidades. En este último caso se malgasta energía debido a que produce un flujo de alta turbulencia el cual no es requerido en el mezclado de materiales viscosos. El caso inverso también es verdadero, debido a que un agitador grande malgastará una enorme cantidad de energía al tratar de lograr el nivel de esfuerzo cortante requerido para dispersar un pigmento.

Tanto el esfuerzo cortante como el flujo son requeridos en todas las operaciones de agitación. Se debe realizar un adecuado balance entre ambos factores para obtener un óptimo diseño del agitador. Así, un agitador grande operado a bajas revoluciones, puede producir el flujo másico requerido para la circulación, mientras mantiene un bajo nivel de turbulencia, el cual es requerido para el mezclado.

Por los requerimientos a que va a ser sometido el sistema de agitación en el reactor piloto de polimerización se recomienda el uso de un agitador que entregue un importante componente de flujo axial.

Las turbinas son los agitadores más versátiles y se recomiendan porque son apropiados para un amplio espectro de propiedades de fluido y geometrías del reactor.

Para la suspensión de sólidos se requiere que el agitador entregue relativamente más flujo que esfuerzo cortante, y es por ello que se recomienda utilizar un agitador que entregue una mayor componente de flujo axial que radial, como es la turbina de paletas inclinadas a 45° (Figura 5.7 3d).

Este tipo de agitador está específicamente diseñado para producir una alta capacidad de bombeo con un mínimo nivel de potencia y valores constantes de esfuerzo de corte a lo largo del diámetro.

Además, según sea la ubicación del agitador con respecto al fondo del recipiente es el tipo de fluidización que se observa. Para el reactor piloto se escoge claridad $c = D/8$ [44].

El número de paletas incide en el consumo de potencia, siendo este mayor cuando el número de paletas crece [45].

Para el sistema propuesto, se recomienda un número de paletas igual a 4 [44].

También se realizan estimaciones, en base a ecuaciones empíricas de diseño, de los siguientes items del reactor de polimerización :

- a) Dimensionamiento y localización de los deflectores
- b) Consumo de potencia del agitador
- c) Sistema de alimentación de gas
- d) Transferencia de calor : dimensionamiento de serpentín de enfriamiento y chaqueta de calefacción

Para resumir todas las estimaciones, se entrega un esquema del reactor con todas las dimensiones más relevantes que han sido determinadas en la Figura 5.8, en donde:

Reactor :

Material Acero AISI 304

D : Diámetro interno del reactor = 1,28 m

H : Profundidad del líquido en reposo : $H = D$

Agitador :

Tipo turbina con paletas inclinadas a 45°

d : Diámetro del agitador : $d = D/2$

b : Ancho de la paleta : $b = D/10$

c : Claridad con respecto al fondo del reactor : $c = H/8$

n_p : Número de paletas : 4

Desviadores

Tipo placas de acero inoxidable a 90° distribuidas en forma uniforme

B_w : Ancho del desviador : $B_w = D/12$

B_c : Claridad con respecto a la pared del reactor : $B_c = D/25$

B_h : Claridad con respecto al fondo del reactor : $B_h = H/8$

B_s : Claridad con respecto al nivel del líquido en reposo : $B_s = H/10$

n_b : Número de desviadores : 4

Distribuidor de Gas

Tipo anillo construido de acero inoxidable de 3/4"

D_s : Diámetro externo del anillo : $D_s = 0,4 D$

d_o : Diámetro de orificio de salida del gas : $d_o = 1 \text{ mm}$

c_s : Claridad del distribuidor con respecto al fondo : $c_s = c/2$

Serpentín de enfriamiento

Material : Tubería de acero inoxidable 304

d_e : Diámetro externo de la tubería del serpentín

D_c : Diámetro de la hélice del serpentín : $D_c = (113D/150) - 2 d_e$

Claridad de la hélice = $1,5 d_e$

Número de vueltas = 15

Camisa de Calefacción

Fluido : Mobiltherm 603

H_c : Altura de la camisa con respecto al fondo del reactor : 1,2 m

x : ancho de la camisa = 4 cm

Area de transferencia : $4,5 \text{ m}^2$

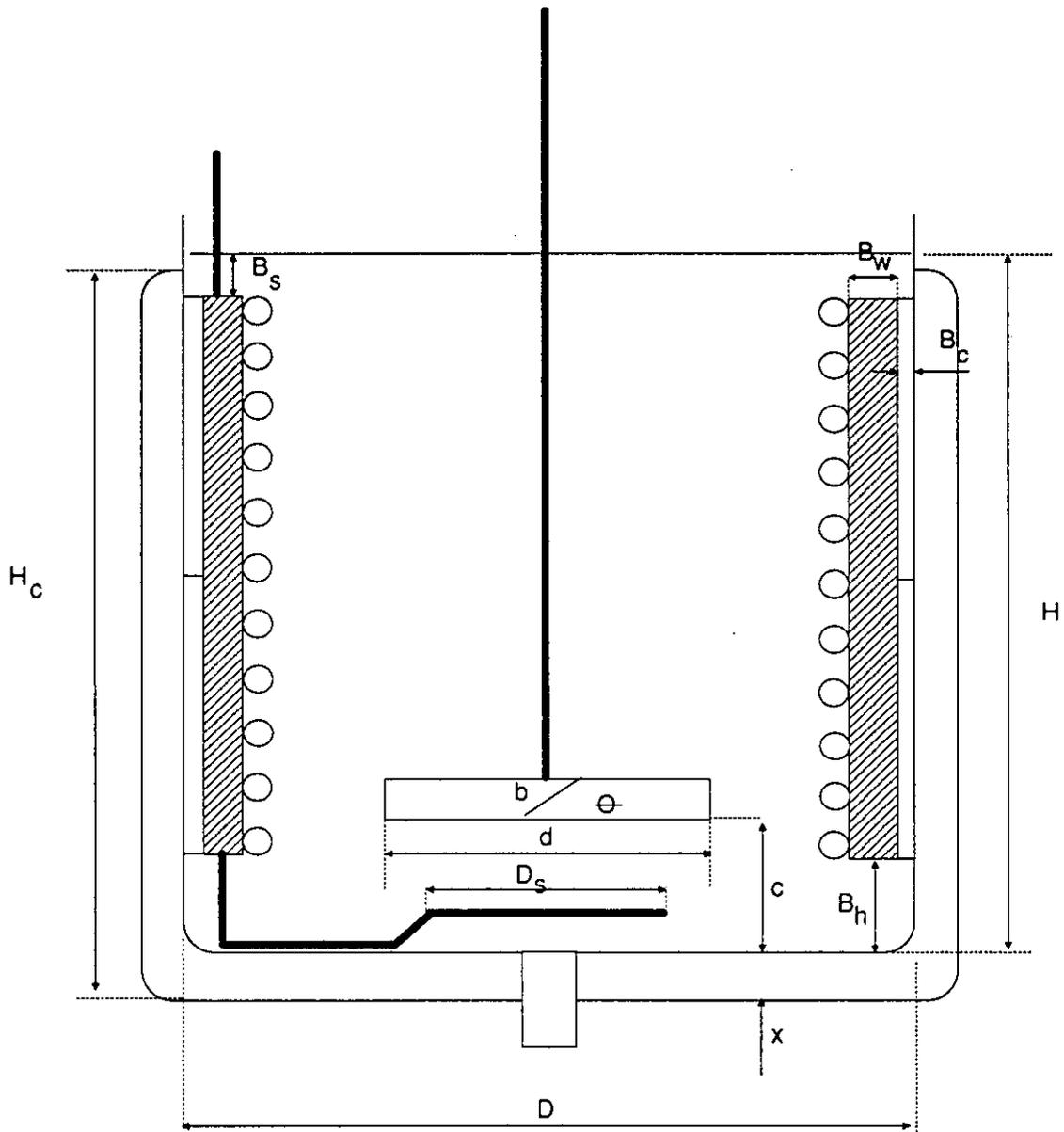


Figura 5.8 : Esquema de Reactor Piloto

5.4 Descripción de la Planta Piloto

Como se mencionó en la proposición de trabajo, la complejidad asociada, tanto a la obtención de un polímero, como el escalamiento de los equipos requeridos para su fabricación a escala industrial, justifican y hacen imprescindible la implementación del proceso a escala piloto. Esto permite evaluar los distintos factores y determinar el grado de incidencia de éstos, en la reacción.

Esta planta piloto, permitirá el estudio de los problemas asociados con la obtención de polímeros de estireno y de otros polímeros.

5.4.1 Lay-Out de la Planta Piloto de Polimerización

En la Figura 5.9, se muestra un diagrama ilustrativo del Lay-Out de la planta piloto. La zona de proceso es de aproximadamente 42 m², sin considerar el terreno ocupado por la caldera, estanque pulmón y torre de enfriamiento, ya que se comparte con otros equipos de la empresa.

La planta piloto de polimerización, incluye los siguientes equipos :

- a) Reactor de polimerización
- b) Mezclador
- c) Caldera
- d) Torre de enfriamiento
- e) Estanque agua de proceso
- f) Estanque pulmón de fluido térmico

Además, se cuenta con sistema de adición de gases al reactor y al mezclador.

El desmineralizador, es un equipo necesario para obtener agua de la calidad que el proceso lo requiere. Aunque no está construido, ha sido considerado al coordinar la distribución de los equipos.

La planta piloto fue planificada, tratando de incorporar todas las medidas de seguridad necesarias para garantizar un buen y seguro funcionamiento.

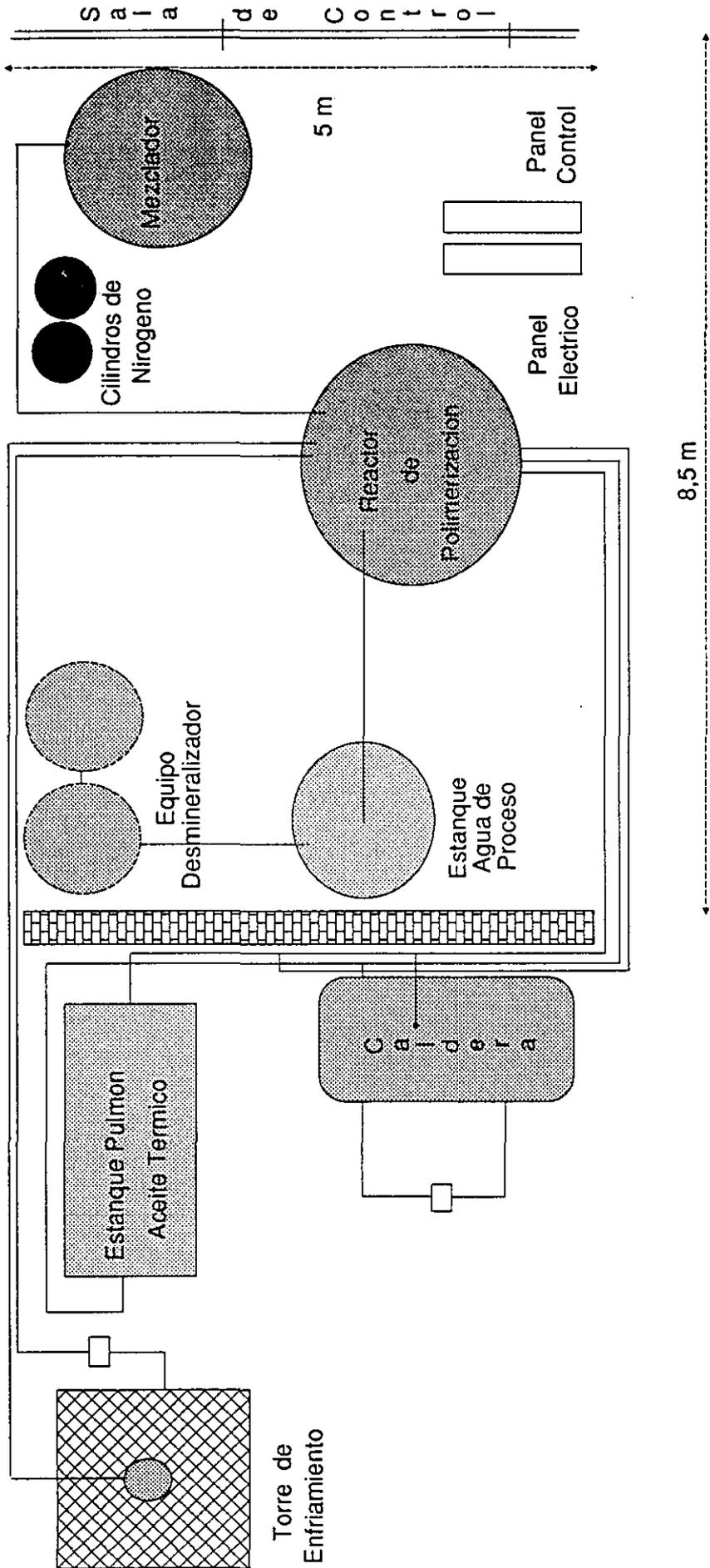


Figura 5.9 : Lay-Out de Planta Piloto

5.4.2 Reactor de Polimerización

Es un reactor de 2,1 m³ de capacidad, confeccionado en acero inoxidable, con una presión de diseño de 4,5 atm. Posee una camisa de calefacción, serpentín de enfriamiento y deflectores. La agitación es proporcionada por un motor de 1.440 RPM y un reductor, mediante el cual se regula la velocidad de agitación.

Este reactor cuenta con :

- i) agujero hombre, para facilitar la limpieza
- ii) válvulas de alivio, para la regulación de la presión interna
- iii) sistemas para el ingreso de líquidos, gases y sólidos
- iv) válvula de muestreo
- v) agitador, con sello mecánico
- vi) manómetro, termómetros análogos, para operación manual
- vii) sensores de presión, temperatura, flujómetro de aceite, flujómetro de agua, para la operación con control automático.

El reactor fue ubicado de manera que se vea desde la sala de control y exista una comunicación visual entre el operador y el controlador.

5.4.3 Mezclador

El mezclador, es un reactor agitado, que opera a presión atmosférica. Posee, además, un agujero hombre y sistemas de ingreso de gases, líquidos y sólidos. Su capacidad máxima es de 1,8 m³.

5.4.4 Caldera

Es una caldera horizontal de tubos y carcasa, con 57 tubos de 1 metro de largo y 1 1/4" de diámetro nominal, en un arreglo cuadrado de 1 9/16". El sistema es de 1 paso, sin deflectores.

El sistema de calentamiento del fluido es por quemadores ubicados en la parte central de la caldera y alimentados con gas licuado. Para facilitar su encendido se incorporó un sistema de control de llama, según se ilustra en la Figura 5.10.

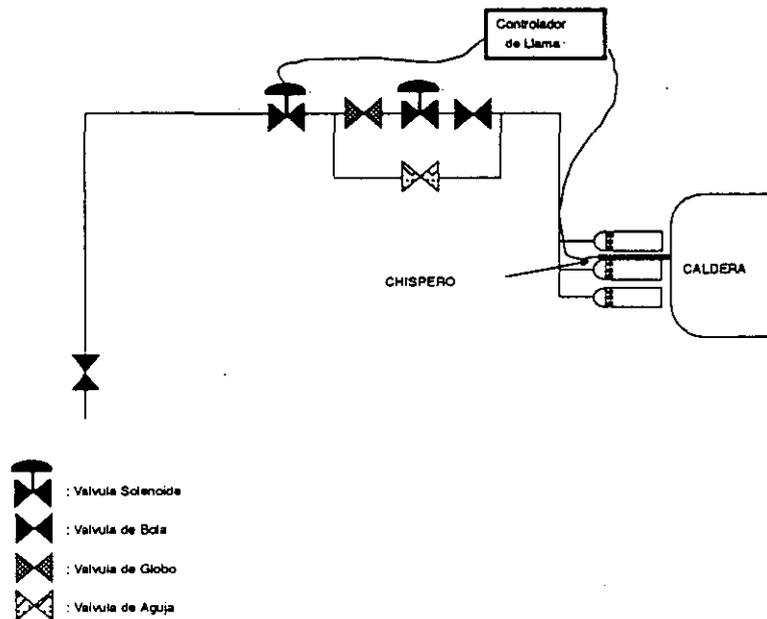


Figura 5.10 : Sistema de Gas y Control de Llama

Este sistema, tiene incorporado un chispero, que es accionado a través de la caja de control. Al accionar el encendido del chispero, la válvula solenoide, normalmente cerrada, se abre y permite el paso del gas; si en 5 segundos no enciende la llama, cierra la válvula y acciona una alarma de luces. Posteriormente se puede repetir la acción.

En caso de que la llama se apague por cualquier motivo, automáticamente funciona la válvula cerrando el paso del gas. La señal de luces se produce en la caja misma y en el panel de operación manual. Además, está incorporado un sistema de timbre en el caso del funcionamiento con el sistema de control automático.

La caldera cuenta con una bomba de 1,5 HP, que permite hacer circular el fluido térmico por el sistema caldera-reactor.

La caldera fue separada de la zona de reacción, mediante un muro de ladrillos, para evitar la posibilidad que vapores inflamables lleguen hasta la zona de la caldera, donde la temperatura es muy elevada. Además, se evita el tránsito por la zona, previniendo accidentes.

5.4.5 Torre de Enfriamiento

Es una estructura de 7,5 metros de alto, con un área basal de 3 m². Posee un estanque de acero, recubierto interiormente con resina, con una capacidad útil de almacenamiento de agua de 5 m³.

En los 5,5 metros de altura de la torre, están ubicadas 6 bandejas de madera, cuyo diseño permite la distribución y enfriamiento del agua. Por los costados laterales se instalaron persianas para minimizar la evaporación y dirigir los vientos que ingresan por esas superficies.

La torre está orientada, de manera de aprovechar al máximo los vientos predominantes en la zona, y optimizar el enfriamiento del agua.

Además, posee una bomba que permite recircular el agua por el serpentín del reactor, y devolverla a la parte superior de la torre, para su enfriamiento.

5.4.6 Estanque Agua de Proceso

Es un estanque vertical de fierro, revestido interiormente con resina, para evitar la corrosión. Posee una capacidad máxima de 1,5 m³.

5.4.7 Estanque Pulmón de Fluido Térmico

Estanque horizontal de acero, con una capacidad máxima de 1,2 m³ y capacidad de operación de 1 m³. Además, para asegurar un circuito cerrado del fluido térmico, llega al estanque pulmón el reflujo y la conexión a atmósfera, del reactor, mediante un sistema de cañerías.

5.4.8 Sistema Térmico

En la Figura 5.11, se entrega el diagrama del sistema para la circulación de fluido térmico. Este sistema está diseñado para ser manejado en forma manual o semiautomática.

Se instalaron válvulas solenoides a la entrada y salida del fluido térmico de la camisa, para el control de la temperatura en el interior del reactor. Estos sistemas fueron duplicados para permitir una operación manual.

Las líneas de conexión entre la caldera y el reactor van bajo el nivel del suelo, lo que permite un mejor aprovechamiento del espacio. Además, el tendido ha sido aislado, al igual que el reactor y la caldera, para optimizar el aprovechamiento del calor.

5.4.9 Sistema de Enfriamiento

El sistema de enfriamiento es alimentado con agua proveniente de la torre, descrita en 5.4.5. Este sistema, también posee la facilidad de ser manejado en forma manual o semiautomática.

El sello mecánico del agitador del reactor necesita lubricación con agua, mientras esté operando. Como el requerimiento de este sello es mínimo, se incorporó este sistema al de enfriamiento, de manera de aprovechar la bomba y el tendido de cañerías (Figura 5.12).

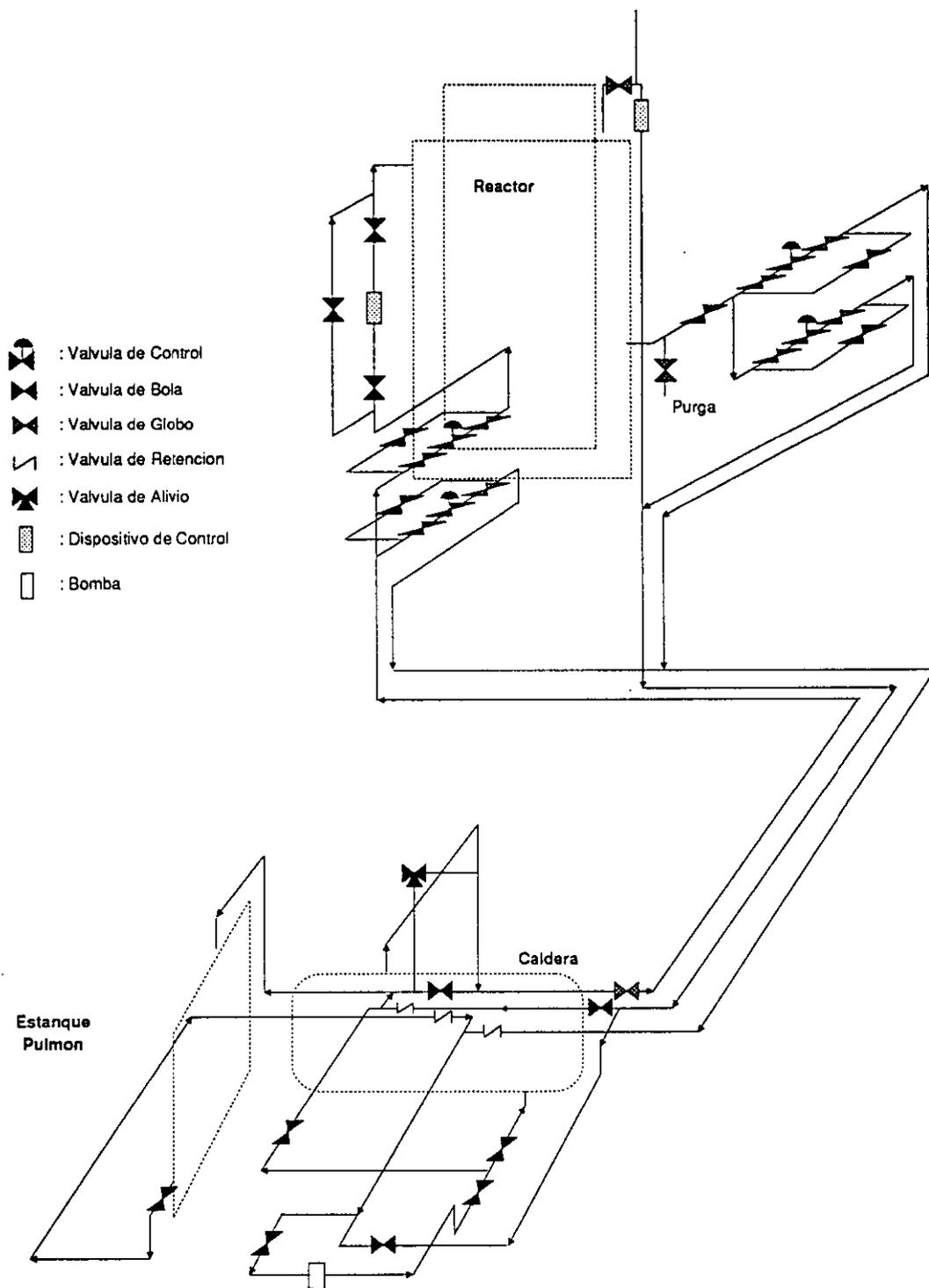


Figura 5.11 : Sistema del Fuido Térmico

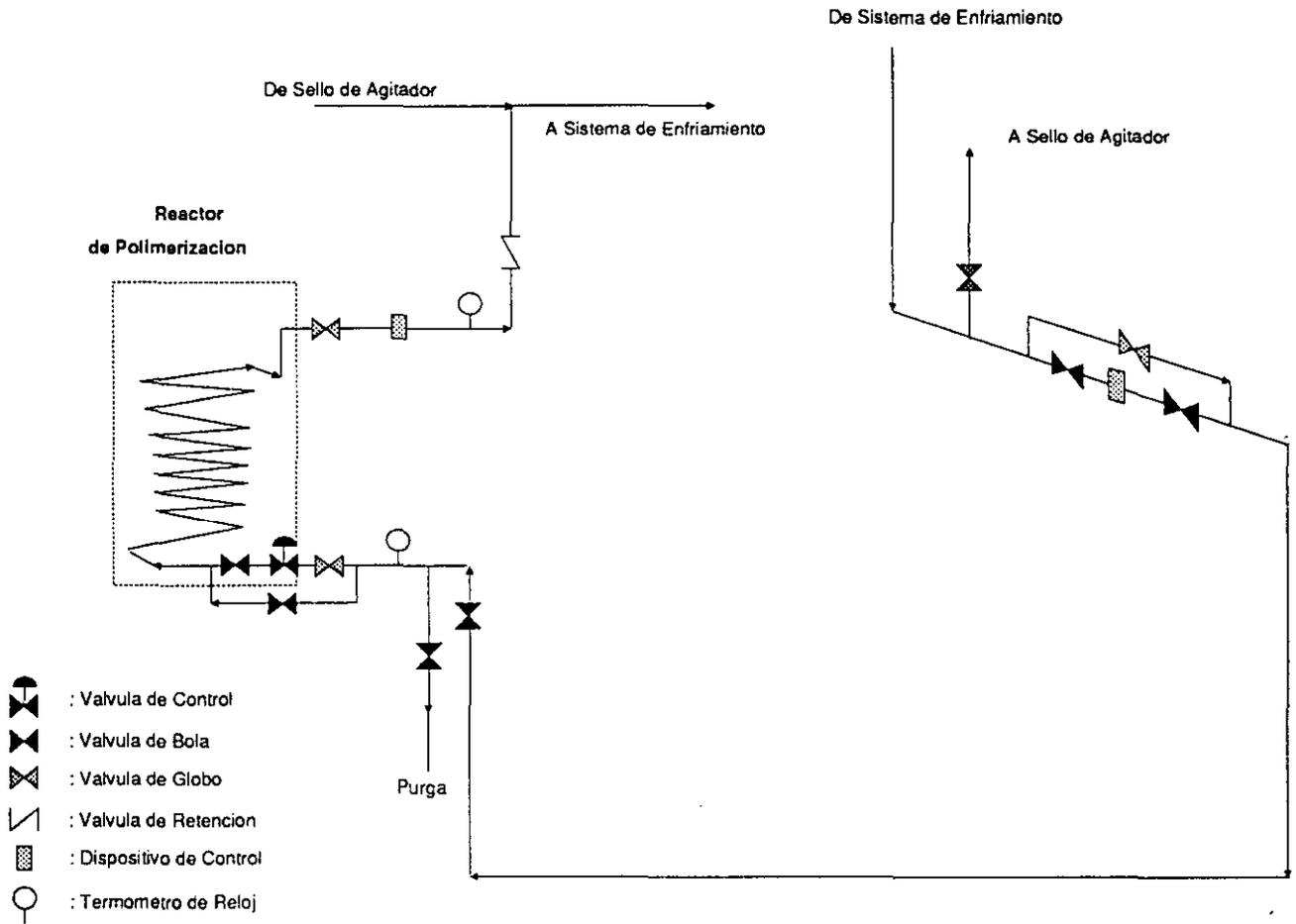


Figura 5.12 : Sistema de Enfriamiento

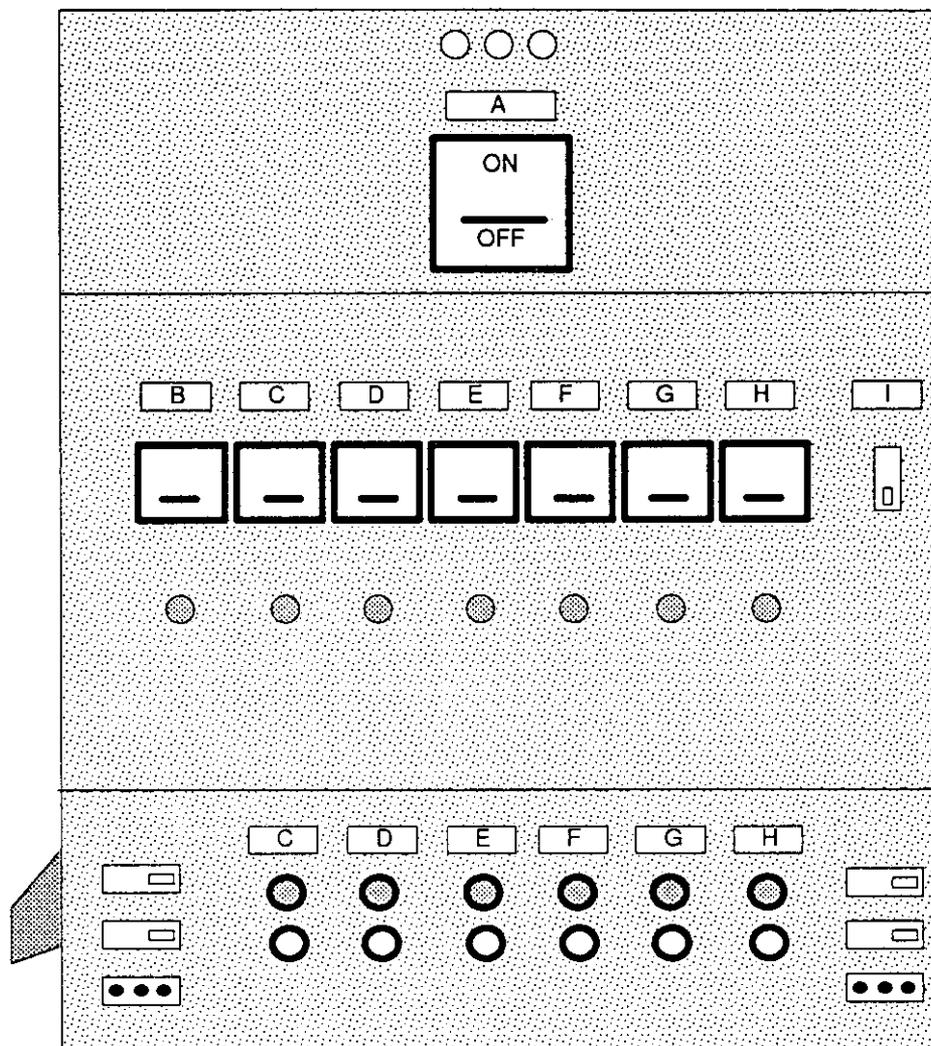
5.4.10 Panel Eléctrico

Es un panel de 85 x 100 cm, con un fondo de 20 cms, desde él se comandan todas las bombas del sistema, los motores de los agitadores, y las luces del sector (Figura 5.13).

Primero está la energización del tablero mediante el interruptor A, que en su posición ON, enciende las tres luces rojas, ubicadas en la zona superior del tablero y dando el paso de corriente para los restantes equipos.

Cada equipo se energiza en forma independiente. Cuando esto ocurre, se enciende la luz verde ubicada en la parte inmediatamente abajo de cada conector. Para hacer partir el motor respectivo, es necesario posteriormente apretar el botón verde (superior), que corresponda; para detener el equipo se presiona el botón rojo (inferior). En el caso B e I, el controlador de llama y las luces, respectivamente, están listos para ser utilizados después de la energización.

En el costado izquierdo del tablero, se instaló un enchufe para las bombas móviles que se utilicen en el proceso. Este enchufe, se energiza desde el interruptor G, y se hace funcionar con la botonera correspondiente.



A GENERAL

- | | | | |
|---|--------------------|---|-----------------------|
| B | ENCENDIDO
GAS | F | AGITADOR
REACTOR |
| C | BOMBA
CALDERA | G | BOMBA
MOVIL |
| D | BOMBA
SERPENTIN | H | AGITADOR
MEZCLADOR |
| E | AGUA
PROCESO | I | LUCES
ENCHUFES |

 Verde

 Rojo

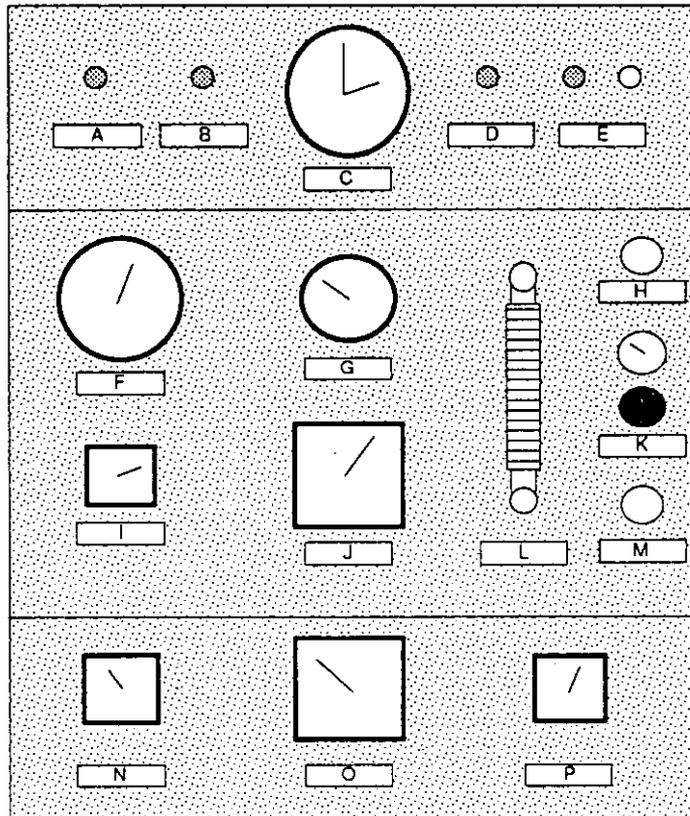
Figura 5.13 : Panel Eléctrico

5.4.11 Panel de Control

Este panel tiene las mismas dimensiones que el panel eléctrico (85 x 100 x 20 cm) (Figura 5.14).

Al mirar el panel, es posible obtener una imagen de la evolución de la reacción que se está realizando en el reactor :

- i) La luz verde encendida, correspondiente a las etiquetas A, B, D, indican que el motor del agitador, la bomba de agua que está en el sistema de enfriamiento y la bomba de aceite de la caldera, respectivamente, están funcionando.
- ii) En el caso E, existen dos luces, una verde y otra roja. La verde encendida indica presencia de llama en los quemadores de la caldera, y la luz roja indica ausencia de llama y por lo tanto corte en el paso del gas, como se mencionó en 5.4.4.
- iii) Los termómetros F e I, indican las temperaturas del reactor y de la camisa. La posición en la que están ubicados, permite tener una visión rápida del proceso.
- iv) El manómetro G, indica la presión de operación.
- v) Con el sistema H, K, L, M, es posible regular y medir el flujo de nitrógeno que ingresa al reactor.
- vi) Con los medidores de flujo J y O, es posible cuantificar los requerimientos de fluido térmico y agua de enfriamiento, para un posterior escalamiento.
- vii) Los amperímetros N y P, dan cuenta del consumo de los motores y del sistema en general. El amperímetro N, tiene especial importancia, ya que está relacionado con la potencia consumida por el agitador del reactor de polimerización, a través de la reacción. En caso de aglomeración del sistema reaccionante, el amperaje subiría en forma rápida, lo que indicaría un estado de alto riesgo, permitiendo realizar las operaciones adecuadas a la situación.



- | | | | |
|---|---------------------------|---|-----------------------------|
| A | MOTOR AGITADOR | I | TEMPERATURA CAMISA |
| B | BOMBA AGUA | J | FLUJO ACEITE CAMISA |
| C | TIEMPO | K | PRESION ENTRADA GAS REACTOR |
| D | BOMBA ACEITE | L | FLUJO GAS REACTOR |
| E | GAS CALDERA | M | VALVULA PASO GAS REACTOR |
| F | TEMPERATURA REACTOR | N | AMPERAJE AGITADOR REACTOR |
| G | PRESION REACTOR | O | FLUJO AGUA SERPENTIN |
| H | VALVULA CORTE GAS REACTOR | P | AMPERAJE GENERAL |

● Verde ○ Rojo

Figura 5.14 : Panel de Control

5.5 Automatización y Control de Reactor Batch

5.5.1 Definición del Sistema

En las reacciones de polimerización, como en toda reacción que se efectúe en forma batch, lo usual es dosificar al reactor, dependiendo del producto a fabricar, una serie de sustancias químicas en una secuencia predeterminada siguiendo un perfil de temperatura.

La dosificación de sustancias químicas se realiza ya sea en forma continua y manteniendo un flujo constante o bien, de una sola vez en algún momento durante el transcurso del proceso.

El perfil de temperatura, por su parte, debe ajustarse dentro de un cierto rango en forma más o menos rigurosa a las especificaciones de cada proceso de fabricación, presentando mayor importancia relativa aquella(s) etapa(s) del proceso en que es preciso mantener la temperatura constante.

El perfil de temperatura en cada proceso de fabricación representa un factor relevante en la calidad del producto y por razones de seguridad, debe ser rigurosamente controlado con el fin de evitar situaciones que podrían terminar en una pérdida del producto en el mejor caso, o bien, en un accidente de proporciones.

Para efectuar el control de temperatura en el reactor, se dispone de fluido térmico y agua de enfriamiento, los cuales deben ser utilizados en base a las características de la reacción que se lleva a cabo y al objetivo perseguido en cada etapa del proceso. Así por ejemplo, para elevar la temperatura en el reactor se utiliza fluido térmico y para mantener constante la temperatura durante la reacción exotérmica se recurre al agua de refrigeración.

Para alcanzar la temperatura apropiada del fluido térmico se cuenta con una caldera dedicada exclusivamente al reactor de polimerización. Dicha temperatura debe ser también rigurosamente controlada con el fin de satisfacer en forma eficiente los requerimientos térmicos de cada proceso en particular.

Además, es importante llevar un registro de la presión en el interior del reactor y detectar la ausencia o presencia de llama en los quemadores de gas de la caldera, de tal forma de a lo menos indicar al operador del sistema cuando se está frente a una situación de riesgo, lo que permitirá que se tomen en forma oportuna las medidas necesarias.

Junto con el control de temperatura, ya sea del contenido del reactor o del fluido térmico, es deseable, debido a que el reactor corresponde a un equipo piloto de investigación, contar con la mayor cantidad de información posible, respecto a la demanda de calor (fluido térmico) y de enfriamiento (agua de enfriamiento). Por lo tanto, se ha considerado el registro de los flujos de agua de refrigeración y de fluido térmico involucrados en cada proceso.

Por último, como apoyo a la operación se incluye la facilidad para efectuar una carga controlada del fluido térmico a la camisa del reactor.

Los antecedentes recién mencionados llevaron a definir que el sistema de control debía contar a los menos con los siguientes dispositivos :

- a) Tres sensores de la temperatura del contenido del reactor, cubriendo distintas alturas y radios
- b) Un sensor de la temperatura del agua de refrigeración a la salida del serpentín
- c) Un sensor de temperatura del fluido térmico a la salida de la caldera
- d) Un sensor de presión en el reactor
- e) Un sensor de flujo del agua de refrigeración
- f) Un sensor de flujo del fluido térmico alimentado a la camisa del reactor
- g) Un sensor de presencia de flujo en el rebalse de la camisa del reactor
- h) Una válvula para manejar la adición de agua al serpentín
- i) Una válvula para manejar la adición de gas de la caldera
- j) Cuatro válvulas para manejar el fluido térmico
- k) Un sensor de presencia de llama en el caldera

5.5.2 Hardware para Adquisición de Datos y Control

La implementación de hardware para el sistema de adquisición de datos y control se ha realizado de acuerdo al diagrama lógico que se presenta en la Figura 5.15. En dicho diagrama, se incluye la componente de software con el propósito de establecer su relación con el sistema global.

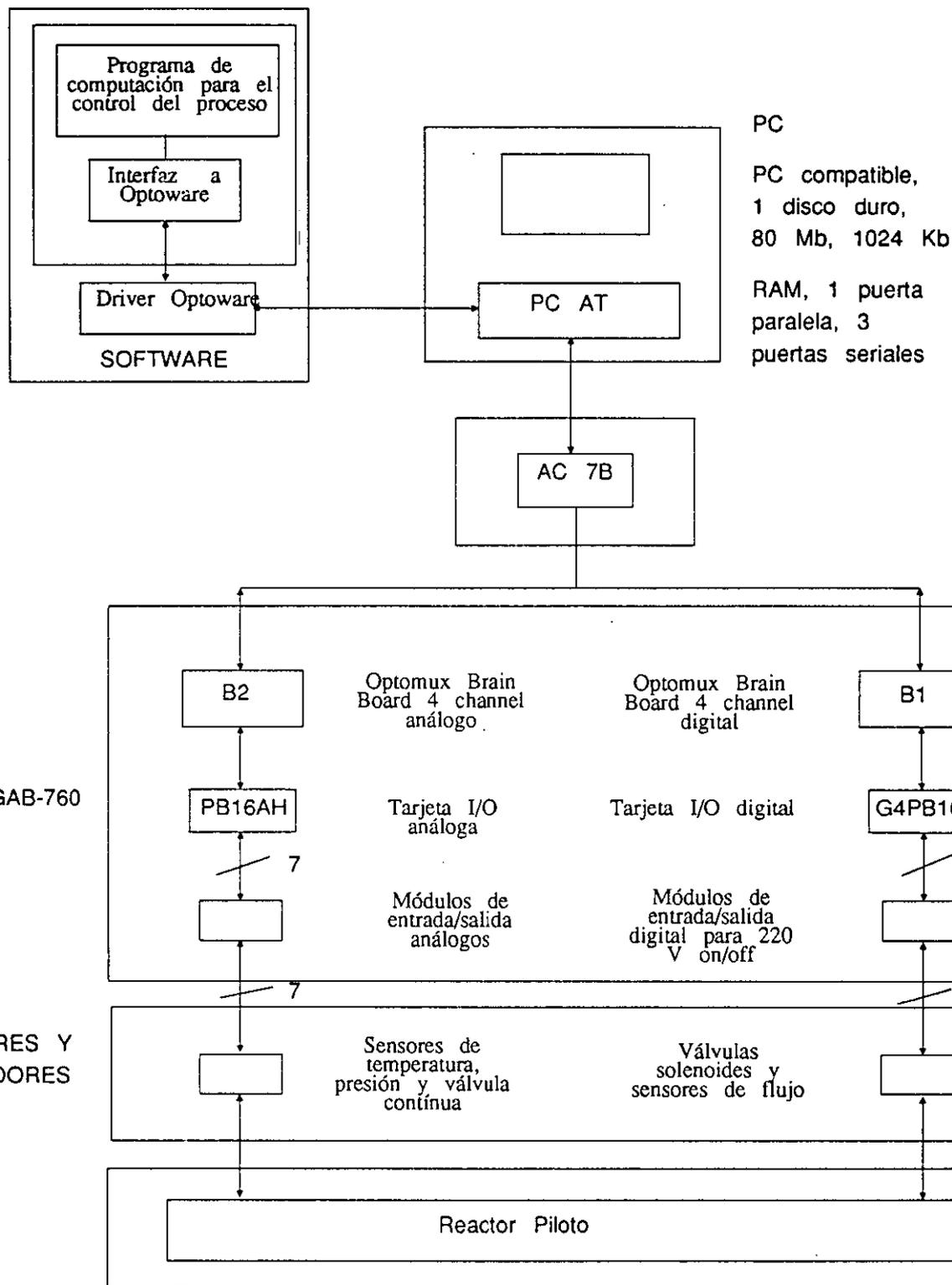


Figura 5.15 : Diagrama Lógico Implementación de Hardware Sistema de Control

La comunicación entre la planta de procesos y el computador, que en la Figura 5.15 se especifica como GABINETE OPTO 22/GAB-760, se ha realizado en términos de módulos de entrada y salida análogos y digitales. Esta componente corresponde a OPTOMUX™, una familia de dispositivos de entrada/salida análogos y digitales capaces de comunicarse con un computador supervisor sobre un enlace serial RS422/485. El computador disponible para la implementación del sistema dispone de una puerta serial del tipo RS232, razón por la cual fue necesario además, instalar un adaptador RS232/RS422 del tipo AC7B para establecer la comunicación.

En la Figura 5.16, se presentan un diagrama del reactor con la disposición de los sensores y actuadores. Las variables sobre las que se actúa son el flujo de aceite térmico a través de la camisa y el flujo de agua de refrigeración a través del serpentín. La temperatura se mide en tres puntos en el interior del reactor, en la línea de flujo de agua a la salida del serpentín y a la salida de la caldera (fluído térmico). La disposición de las válvulas (actuadores) y los sensores de temperatura (TI), de presión (PI), flujo (FI) y llama (FD), se presenta en la Figura 5.16. El número debajo de cada sensor y actuador en el diagrama, representa el número del módulo al que está conectado, a través de OPTOMUX™, hacia el computador desde donde se realiza el monitoreo y control.

5.5.3 Descripción del Software de Control

El software para la adquisición de datos y control se ha realizado en "Lenguaje C++" e implementado en la versión 3.1 de Borland C++ de Borland International, Inc. (1991, 92) para computadores IBM PC compatibles, con sistema operativo DOS versión 3.31 y superiores.

El sistema está estructurado en base a dos módulos ejecutables principales llamados CONTROL y DCONTROL, cuyas funciones están enfocadas hacia diferentes aspectos dentro del sistema global. En términos generales, el primero se encarga de administrar los datos de fabricación de cada uno de los productos y de inicializar la ejecución de DCONTROL una vez que se ha definido el producto a fabricar. DCONTROL, por su parte, se encarga de efectuar el control propiamente tal y del despliegue gráfico de los datos de proceso en tiempo real.

La información relativa a los datos de fabricación de cada producto para cada etapa del proceso es mantenida en un sistema de archivos al que denominamos Base de Datos de procesos, con estructuras de datos del tipo dBase.

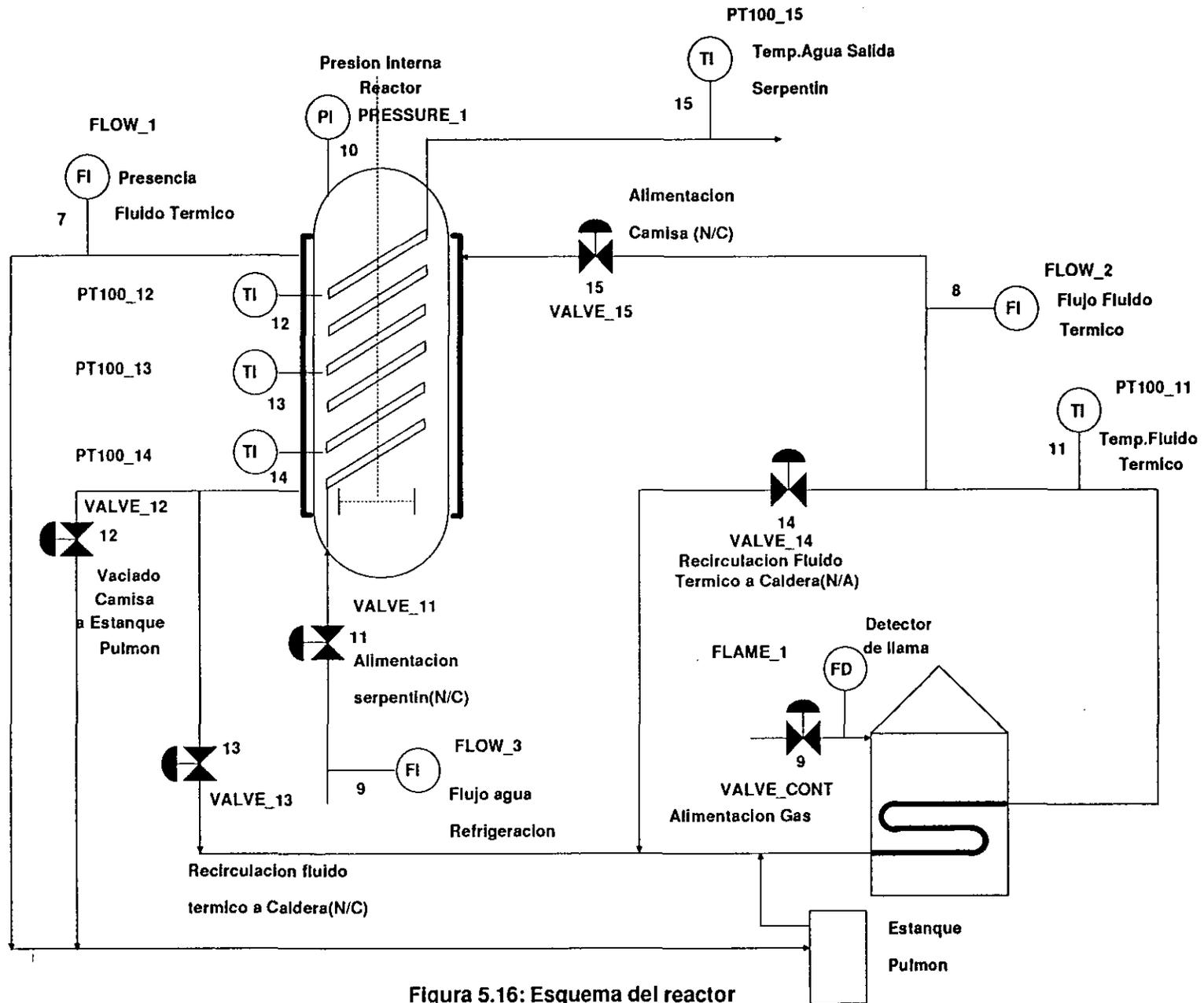


Figura 5.16: Esquema del reactor

Los módulos antes mencionados, están conformados por herramientas de software con distintas finalidades. A grandes rasgos, estas herramientas corresponden a funciones para el manejo de Base de Datos, funciones para el despliegue gráfico y funciones de alto nivel para la comunicación con las componentes de hardware que forman parte del sistema.

El sistema de control de reactores batch, desarrollado en base al esquema de control digital directo, está capacitado para secuenciar operaciones y realizar el control de temperatura de procesos de fabricación batch que ocurran en el Reactor Piloto. Su rango de aplicación está limitado a procesos que presenten etapas de fabricación que se encuentren entre las siguientes :

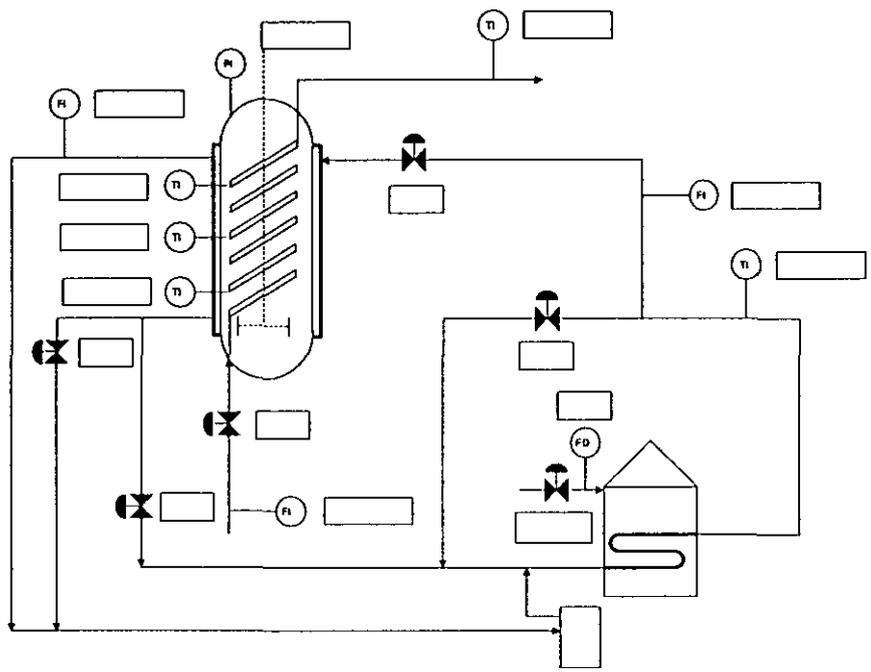
- a) Calentamiento, con o sin control de la velocidad de aumento de temperatura
- b) Enfriamiento, con o sin control de la velocidad de disminución de temperatura
- c) Mantenición de temperatura de una reacción exotérmica
- d) Mantenición de temperatura de una reacción endotérmica
- e) Mantenición de temperatura en una etapa sin reacción química

En forma alternativa, es posible efectuar solamente el monitoreo de las variables durante el transcurso de un proceso de fabricación.

Ya sea en modo manual o automático, el sistema provee una interfaz gráfica para el despliegue del estado del proceso en tiempo real (Figura 5.17). En este despliegue se incluyen el valor de las temperaturas en el interior del reactor, del fluido térmico y del agua de refrigeración al abandonar el serpentín, los flujos de agua y fluido térmico, el tiempo transcurrido y, solo en modo automático, la posición de las válvulas (ON/OFF) o el porcentaje de apertura y el tipo de etapa en curso.

Adicionalmente, cuando el usuario así lo estime conveniente, los datos de proceso que está siendo medidos pueden ser almacenados en archivos en disco para cualquier tipo de procesamiento posterior.

La especificación del proceso de fabricación, esto es, la identificación del producto, el número de etapas y las condiciones de operación en cada etapa, se realiza a través de una interfaz a usuario diseñada especialmente para este propósito. Por medio de esta misma interfaz se especifican además algunos parámetros para afectar el despliegue gráfico y el almacenamiento de datos en archivos, y los parámetros comunes a cada proceso, tales como la configuración del despliegue gráfico, el intervalo de tiempo para la adquisición de datos, los parámetros necesarios par el control regulador, etc.



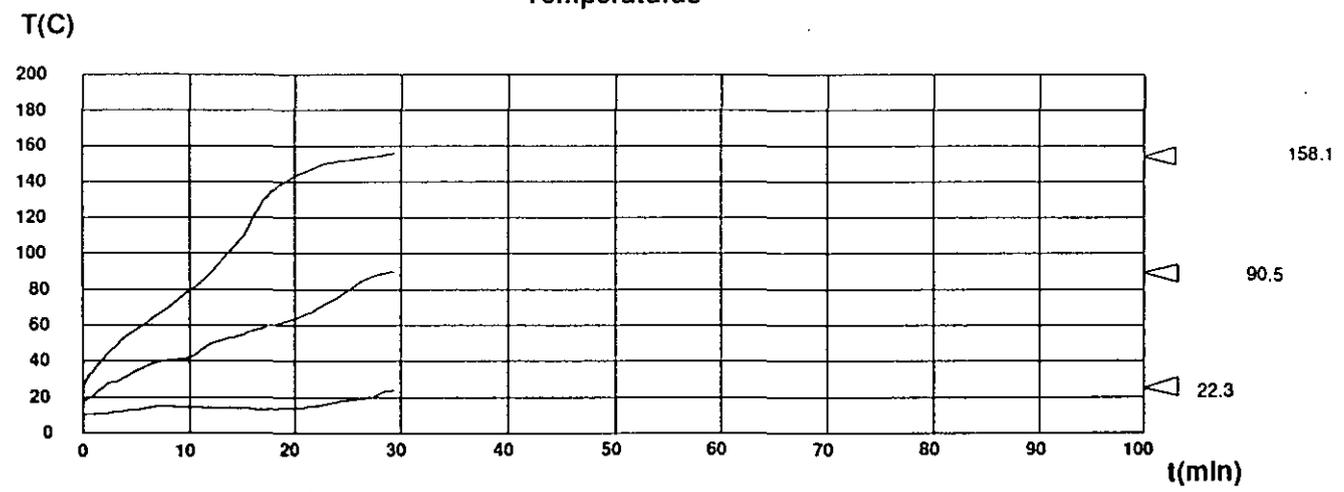
REACTOR DE POLIMERIZACION
 FONTEC _____

PRODUCTO:
 ETAPA No: (Calentamiento)

Tset: 90 [C]
 tiempos [min]
 Total:
 Transcurrido:

Datos Etapa:
 Nombre Archivo

Temperaturas



Para producir un batch, el encargado de la operación del sistema de control especifica la secuencia de etapas y los parámetros necesarios por medio de la interfaz a usuario disponible para este fin, o bien, selecciona de la Base de Datos de procesos el producto a fabricar si ya se han especificado el número y las características de las etapas del proceso de fabricación.

5.6 Pruebas a Escala Piloto

Los objetivos de estas pruebas son :

- a) Simular procesos de obtención de plásticos de poliestireno, en especial la etapa de reacción de polimerización.
- b) Verificar la reproductibilidad de los resultados obtenidos a escala de banco
- c) Determinar la agitación óptima necesaria, a escala piloto, para obtener perlas de un diámetro promedio de 1,5 a 2,0 mm.
- d) Asegurar la operatividad de los distintos sistemas auxiliares que prestan apoyo a la reacción que se lleva a cabo en el reactor de polimerización : sistema térmico (caldera, estanque pulmón, sistema de cañerías y válvulas), sistema de refrigeración (torre de enfriamiento, sistema de cañerías y válvulas), sistema de gases, mezclador, etc.
- e) Obtener una cantidad apropiada de producto para la evaluación de sus propiedades físicas y químicas, así como para la elaboración de productos de uso final.

Una vez alcanzado estos objetivos, las pruebas que se sigan realizando en el reactor piloto permitirán :

- a) Obtener datos básicos de ingeniería asociados con la producción de plásticos de poliestireno.
- b) Generar datos de diseño para el escalamiento de reactores de polimerización a escala comercial.

Como parte de este proyecto se realizaron cuatro pruebas piloto, con las cuales se determinó la agitación óptima necesaria para obtener el diámetro de perlas requerido, y se comprobó la funcionalidad de todos los sistemas auxiliares.

Los resultados, peso molecular y porcentaje de estireno, fueron concordantes con los obtenidos a escala de banco.

El control automático implementado, permite obtener batch reproducibles, limitando la intervención de operarios a las tareas de carga y descarga del reactor, y a supervisar el desarrollo de la reacción. El programa presenta, además, flexibilidad suficiente para la programación de otros tipos de reacciones.

5.7 Estudio Preliminar para la Depuración de las Aguas del Proceso de Obtención de Poliestireno

El poliestireno, es obtenido por medio de una reacción de polimerización en suspensión, en el cual participan como materia primas, que luego conforman los contaminantes : el monómero de estireno, el agua como medio de suspensión, dos catalizadores de origen orgánico, dos agentes de suspensión, uno primario de origen orgánico y uno secundario de origen inorgánico, y por último un agente ignífugo de origen orgánico.

La polimerización procede con la transformación de algunas materias primas como la descomposición de los catalizadores y del agente de suspensión secundario a compuestos más simples e inocuos. Por otro lado cantidades del agente ignífugo quedan ocluidas en las perlas de poliestireno que se obtienen con un rendimiento cercano al 100%.

De manera, que el agua residual obtenida en el proceso está compuesta principalmente por materia orgánica. Por lo tanto, los análisis y métodos de tratamiento están orientados a determinar y disminuir, dichos contaminantes.

Para elaborar un diagnóstico preliminar y determinar el origen de la contaminación, la magnitud y las posibles consecuencias para el medio ambiente, las aguas madres obtenidas del proceso de producción del poliestireno, fueron analizadas. El objetivo del análisis es determinar los parámetros de mayor relevancia según las normativas y establecer los tipos de contaminantes.

Para efectos de estudiar la variabilidad en la composición de los contaminantes en el agua residual, se tomaron muestras de las aguas madres de procesos que incluyen algunas variaciones cuantitativas en las materias primas utilizadas, que corresponden, al rango en que ellas pueden utilizarse sin afectar las características del producto final.

Las aguas madres recuperadas en los procesos a escala de laboratorio y escala de banco fueron analizadas según los métodos oficiales establecidos en la Norma Técnica relativa a descargas de Residuos Industriales Líquidos de la Superintendencia de Servicios Sanitarios, y en comparación a los límites máximos permitidos (Tabla 3.2).

Las aguas madres recuperadas, fueron tratadas por un proceso de filtración usando Tierras de Diatomea como medio filtrante, con el objetivo de disminuir el contenido de contaminantes, mejorando con ello la calidad del agua y permitiendo que esta pueda ser vertida al sistema de recolección de aguas servidas.

En el caso que el efluente obtenido posea propiedades ácidas se puede neutralizar con cal, piedra caliza o con solución de soda cáustica, para obtener los valores requeridos de pH (5,5 a 9,0). De los neutralizantes mencionados, el más utilizado es la cal (óxidos o hidróxidos de calcio y magnesio) por ser el más barato y porque los lodos producidos al neutralizar las aguas, son más fáciles de deshidratar.

De acuerdo a los resultados obtenidos en el tratamiento (Filtración a través de Tierras de Diatomea) para la descontaminación de las aguas madres recuperadas desde el proceso de obtención del poliestireno, se puede establecer, que dicho método resulta apropiado para obtener un efluente que cumpla con los parámetros de calidad, establecidos para los vertidos industriales que son descargados en el sistema de recolección de aguas servidas.

6. Impactos del Proyecto

Actualmente, todo el poliestireno producido en nuestro país, se obtiene con tecnología y equipamiento extranjero, desconociéndose en lo fundamental, el porque de los componentes de una síntesis, convirtiendo el proceso en casi una "caja negra", donde las modificaciones son evitadas a toda costa, para evitar problemas en la producción.

Teniendo en consideración este aspecto, el proyecto ha permitido :

- a) Adquirir conocimiento y experiencia en un campo muy poco investigado en nuestro país.
- b) Desarrollar capacidades para manejar reacciones de polimerización, de modo tal de poder solucionar problemas específicos, como cambio de reactivos, por otros menos caros o menos contaminantes, o introducir modificaciones en el proceso, como incorporar color en los plásticos.
- c) Que un empresario adquiera una tecnología nacional para producir plásticos de poliestireno.
- d) El diseño y la construcción de una planta piloto que servirá para estudiar los procesos y obtener información para el escalamiento y diseño de los equipos a escala comercial.

Además, con la puesta en marcha de una planta comercial de producción de poliestireno, se pretende sustituir a lo menos, un 60% de las actuales importaciones, en un plazo de 5 años.

Este proyecto ha tratado de minimizar el impacto ambiental que pudiera tener un proceso de polimerización. Se han escogido sustancias químicas biodegradables, menos contaminantes que las utilizadas en los procesos tradicionales de obtención de poliestireno, dando importancia desde un comienzo a los sistemas de tratamientos de efluentes que será necesario implementar a escala comercial.

7. Bibliografía

- [1] Wing Sien Fong, "Polystyrene. A private report by the Process Economics Program", SRI, Menlo Park, California, June 1968.
- [2] Smith Mayo W., "Manufacture of Plastics", Reinhold Publishing Corporation, New York, 1964.
- [3] J. Brandrup and E. H. Immergut, "Polymer Handbook", Interscience Publishers, New York, 1967.
- [4] Modern Plastics Encyclopedia, Mc Graw Hill, 1981.
- [5] Banco Central de Chile, "Indicadores de Comercio Exterior", Noviembre 1991.
- [6] Treach W. C. y Kiessling, "Polystyrene", Reinhold Publishing Corp., New York, 1960.
- [7] Boundy R. H. y Reymond R. F., "Styrene its Polymers and Derivates", Reinhold Publishing Corp., New York, 1952.
- [8] Houwink, "Tecnología de los Plásticos", Publicaciones de la Secretaría de Plásticos del Patronato "Juan de la Cierva", Madrid.
- [9] Schildnecht C. E., "Vinyl and Related Polymers", John Willey and Sons Inc., New York, 1952.
- [10] Blout E. R. y Mark H., "Monomers", Interscience Publishers Inc., New York, 1951.
- [11] Gibello H., "Les Vinyliques d'aujourd'hui", Dumond, París, 1953.
- [12] Golding B., "Polymers and Resins", D. Van Nostrands Inc., New Yersey, 1959.
- [13] Encyclopedia of Polymer Science and Technology, Vol. 1, Interscience Publishers, John Willey and Sons, 1964.
- [14] Basdekis C. H., "ABS Plastics", Reinhold Publishing Cor., 1964.
- [15] Modern Plastics Encyclopedia Issue, Vol. 41, N° 1A, 1964
- [16] Maggi B., "Atti del Congresso Europeo delle Materie Plastiche", 1964.
- [17] Modern Plastic mid October Encyclopedia Issue, p. 108, 1970
- [18] Howard Butter, Hubert Hopkins, Pat. Brit. 1,054,301, Jan. 1967.
- [19] Chemical Abstracts, Vol. 54, 4047d, 1960.

- [20] Chemical Abstracts, Vol. 61, 10841a, 1964.
- [21] Chemical Abstracts, Vol. 66, 105442m, 1967.
- [22] Chemical Abstracts, Vol. 70, 69027b, 1969.
- [23] Chemical Abstracts, Vol. 74, 32294t, 1971.
- [24] Chemical Abstracts, Vol. 57, 13948c, 1962.
- [25] Staudinger H., W. Heuer, Ber., 63B, p. 222, 1930
- [26] R. R. Corpstein and R. A. Dove, "Stirred Tank Reactor Design", Chemical Engineering Progress, pp 66-74, February, 1979.
- [27] F. D. Moss, Design of Pilot Plant Reactors", Industrial and Engineering Chemistry, Vol 45, N° 10, pp 2133-2138, October 1953.
- [28] David S. Dickey and Ramesh R. Henrajani, " Recipes for Fluid Mixing", Chemical Engineering, pp 82-89, March 1992.
- [29] David S. Dickey and Richard W. Hicks, "Fundamentals of Agitation", Chemical Engineering, pp 93-100, February, 1976.
- [30] Kirk-Othmer, "Encyclopedia of Chemical Technology", John Willey & Sons, Segunda Edición, Vol. 19, pp. 92-96, 1969.
- [31] Nieman, "Aging and Stabilization of Polymer", Consultants Bureau Enter, Inc., 1965.
- [32] Groggins, Unit Processes in Organic Synthesis", Mc. Graw-Hill Book, 5th Edition, 1958.
- [33] Blow C. M., "Rubber Technology and Manufacture", The Butterworths Group, 1971.
- [34] Battaerd Tregear, "Graft Copolymer", John Willey, pp 235-238, New York, 1967.
- [35] British Standard 2782, Part 3, 125 Method 301.
- [36] British Standard 2782, Part 1, Method 102c.
- [37] British Standard 3126, Appendix A.
- [38] J. C. Bevington, H. W. Melville, R. P. Taylor, Journal of Polymer Science, 12, 449, 1954.
- [39] J. C. Bevington, H. W. Melville, R. P. Taylor, Journal of Polymer Science, 14, 463, 1954.

- [40] Catálogo Técnico de Productos SABIMET S.A.
- [41] R. W. Hicks and L. E. Gates, "Fluid Agitation in Polymer Reactors", Chemical Engineering Progress, Vol. 71, N° 8, pp 74-79, August 1975.
- [42] Stanley M. Wales, "Chemical Process Equipment. Selection and Design", Butterwoths Series in Chemical Engineering, USA, 1988.
- [43] J. Y. Oldshue and N. R. Herbst, "A Guide to Fluid Mixing", Mixing Equipment Company Rochester, New York, 1990.
- [44] Shinji Nogata, "Mixing. Principles and Applicatiosn", John Willey & Sons, New York, 1975.
- [45] Robert L. Bates et al., "An Examination of Some Geometric Parameters of Impeller Power", I & EC Process Design and Development, Vol 2, N° 4, pp 3310-3314, October 1963.

Anexo A

Estructura de Costos Real del Proyecto

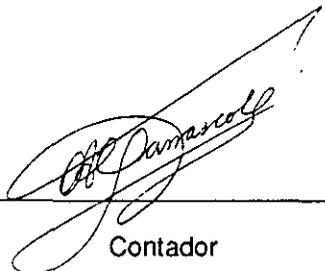
FORMULARIO
ESTRUCTURA DE COSTOS REAL (*) DEL PROYECTO
(Valores expresados en U.F.)

PARTIDAS DE COSTO	TOTAL PROYECTO	FUENTE FINANCIAMIENTO	
		FONTEC	EMPRESA
Personal de Investigación	1.349,03	1.146,82	202,21
Personal de Apoyo	373,38	257,00	116,38
Servicios, Mat. y Otros	425,22	316,64	108,58
Usos de Bienes de Capital	197,25	197,25	-----
Adquisición de Bienes de Capital	2.116,98	-----	2.116,98
TOTAL EN U.F.	4.461,86	1917,71	2544,15

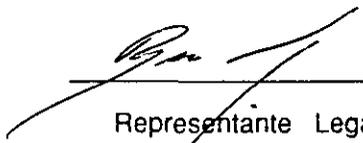
Valor de U. F. = \$ 8.669,22

(*) Se entiende por Costo Real del Proyecto a aquellos que incluyen los gastos no previstos durante el período de ejecución del proyecto y que han debido ser financiados con mayores aportes de la empresa.

Declaro bajo juramento que los datos contenidos en este Resumen de Estructura de Costos del Proyecto son verídicos.



Contador



Representante Legal

