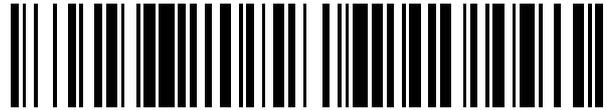


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 516 743**

51 Int. Cl.:

**C10G 1/10** (2006.01)

**C08F 8/50** (2006.01)

**C10M 107/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.08.2010 E 10172039 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.07.2014 EP 2407528**

54 Título: **Método de producción de ceras y aceites base**

30 Prioridad:

**15.07.2010 US 836594**

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

**31.10.2014**

73 Titular/es:

**GREENMANTRA RECYCLING TECHNOLOGIES  
LTD (100.0%)  
1103, 373 Front Street (W)  
Toronto, ON M5V 3R7, CA**

72 Inventor/es:

**KUMAR, ANIL**

74 Agente/Representante:

**LINAGE GONZÁLEZ, Rafael**

**ES 2 516 743 T3**

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

**DESCRIPCIÓN**

Método de producción de ceras y aceites base

**5 Antecedentes**

Los fabricantes de equipo mecánico, envasadores de alimentos y otros usuarios de cera y grasa para usos lubricantes, de sellado y otros usos tienen una necesidad continua de composiciones de cera y grasa. La fabricación de estas ceras y grasas es normalmente cara. Esto puede deberse normalmente al requisito de la cara alimentación de petróleo en tal proceso de fabricación.

Las ceras y grasa (o aceites base), en general, se preparan a partir de alimentación de petróleo o procesos de gas a líquido. El precio de las materias primas del petróleo está aumentando con el tiempo y así hay un aumento constante en los precios de las ceras y grasas. Recientemente, ha habido varios descubrimientos de yacimientos de gas (principalmente metano) y usando el proceso de Fischer-Tropsch; éstos pueden convertirse en hidrocarburos de mayor longitud de cadena para dar gasolina, aceites lubricantes, aceites base y ceras. Los productos producidos de esta forma son relativamente más caros y así hay una necesidad de utilizar residuo de polietileno fácilmente disponible y reciclarlo para producir los mismos materiales a coste considerablemente menor.

Sería ventajoso tener un proceso relativamente barato para producir cera y aceite base. Un proceso tal utilizaría idealmente una materia prima barata fácilmente disponible y usaría un proceso barato. Se han usado plásticos/polímeros residuales en procesos conocidos para la fabricación de tales productos. El residuo de plástico está entre el residuo sólido de crecimiento más rápido y el utilizar este residuo sólido para producir cera y grasa útiles trata los problemas cada vez mayores de la eliminación de plásticos.

Además, la mayoría de los residuos de polímero/plástico pueden ser polietileno y, debido a su no biodegradabilidad, se ha acumulado en la naturaleza. El residuo de polietileno es en general tanto enterrado como quemado – el primero conduce a la pérdida de material y desperdicio de tierra mientras que el último produce la emisión de gases de invernadero; solo una pequeña proporción del residuo de plástico entero está siendo actualmente recirculada como polímeros secundarios que tienen mala calidad y dan bajos rendimientos financieros.

Actualmente ha habido esfuerzos considerables para convertir estos residuos sólidos poliméricos en productos útiles tales como combustibles, lubricantes, ceras y aceites base. Los procesos de conversión existentes pueden no ser suficientemente eficaces y pueden liberar gases de invernadero al entorno. Además, las actuales técnicas pueden ser sensibles a la calidad y cantidad de alimentación de plásticos residuales y pueden tener un impacto en la calidad del producto final. Esto puede ser especialmente importante ya que el residuo de plástico puede variar en su consistencia debido a la variación de los grados de plástico.

Sunder Lal; K.S. Anisia y A. Kumar Appl. Catal. A-Gen. 2006, 303(1), pág. 9-17, desvelan un complejo de Zr-Zr macrocíclico homonuclear preparado a partir de 2,6-diformil-fenol y 1,2-fenilendiamina que está químicamente unido a alúmina modificada con carbamato, y el uso de este catalizador para despolimerizar HDPE.

**Breve descripción de los dibujos**

Se describen diversas realizaciones en el presente documento con referencia a los dibujos, en las que:

La figura 1 muestra un diagrama de flujo de un proceso a modo de ejemplo para convertir residuo de polietileno mixto para producir ceras y aceites base mediante despolimerización catalítica, según una realización;

la figura 2 muestra, en el contexto de la invención, una gráfica a modo de ejemplo de resultados de cromatografía de gases-espectrometría de masas (CG-EM) de cera microcristalina producida usando procesos existentes;

la figura 3 muestra una gráfica a modo de ejemplo de resultados de CG-EM de cera obtenida de la despolimerización de residuo de polietileno de alta densidad (HDPE), según una realización;

la figura 4 muestra, en el contexto de la invención, una gráfica de análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) de la cera microcristalina producida usando procesos existentes;

la figura 5 muestra una gráfica de análisis de DSC de la cera obtenida de la despolimerización del residuo de HDPE, según una realización;

la figura 6 muestra una gráfica de log cizallamiento frente a log viscosidad de la muestra 1 del aceite base, según una realización;

la figura 7 muestra una gráfica de log cizallamiento frente a log viscosidad de la muestra 2 del aceite base, según una realización; y

la figura 8 muestra un diagrama de bloques de un dispositivo para convertir el residuo de polietileno mixto para preparar ceras y aceites base, según una realización.

- 5 Los dibujos en el presente documento se describen para fines de ilustración solo y no pretenden limitar el alcance de la presente divulgación de ningún modo.

**Descripción detallada**

- 10 Se desvela un método de producción de ceras y aceites base mediante despolimerización catalítica de plásticos residuales. En la siguiente descripción detallada de las realizaciones de la presente materia se hace referencia a los dibujos adjuntos que forman una parte del presente documento, y en los que se muestran a modo de ilustración realizaciones específicas en las que la presente materia puede ponerse en práctica. Estas realizaciones se describen en suficiente detalle para permitir que aquellos expertos en la materia pongan en práctica la presente materia, y debe entenderse que pueden utilizarse otras realizaciones y que pueden hacerse cambios sin apartarse del alcance de la presente materia. Por tanto, la siguiente descripción detallada no debe considerarse en un sentido limitante, y el alcance de la presente materia se define por las reivindicaciones adjuntas.

- 20 La figura 1 muestra un diagrama de flujo 100 de un proceso a modo de ejemplo de producción de ceras y aceites base mediante despolimerización catalítica de residuo de polietileno mixto, según una realización. Las ceras son materiales sólidos resbaladizos que son fáciles de fundir. Generalmente, el punto de fusión de las ceras oscila entre 45 °C y 130 °C y el punto de inflamación (es decir, la menor temperatura a la que la cera puede vaporizarse para formar una mezcla inflamable en el aire) oscila entre 180 °C y 350 °C. Las ceras pueden derivarse principalmente refinando el petróleo en bruto. Las ceras también pueden derivarse de secreciones naturales de plantas y animales. Además, las ceras pueden producirse sintéticamente usando procesos tales como Fischer-Tropsch.

- 30 La grasa o aceite base es una sustancia semi-sólida introducida entre dos superficies en movimiento para reducir la fricción entre ellas, mejorando la eficiencia y reduciendo el desgaste. Las grasas comercialmente disponibles se preparan generalmente mezclando aceites base con pequeñas cantidades de aditivos específicos para propiedades físicas deseadas. Generalmente, las grasas son de cuatro tipos: (a) mezcla de aceites minerales y lubricantes sólidos, (b) mezclas de residuo, ceras, grasas no combinadas, aceites de colofonia y alquitranes, (c) aceites minerales espesados con jabón y (d) grasas sintéticas como poli-alfa-olefinas, siliconas, etc.

- 35 El residuo de polietileno mixto puede incluir polietileno de baja densidad (LDPE), polietileno de baja densidad lineal (LLDPE) y polietileno de alta densidad (HDPE). Por ejemplo, el residuo de polietileno puede estar disponible como bolsas de la compra, bolsas de supermercado como sacos de HDPE, bolsas de leche de LDPE y archivadores de papelería de LLDPE. En una realización, los gránulos primarios de polietileno también puede usarse para producir las ceras y aceites base. Además, el residuo de polietileno mixto puede incluir impurezas (por ejemplo, tales como polipropileno y poliestireno) hasta aproximadamente el 10 %.

- 40 En la etapa 102, el residuo de polietileno mixto se precalienta para formar un residuo de polietileno mixto fundido. Por ejemplo, el residuo de polietileno mixto se precalienta en una extrusora unida a un reactor de alta presión (por ejemplo, el reactor 804 de la figura 8). El residuo de polietileno mixto fundido formado en la extrusora se empuja de forma sustancialmente continua al reactor de alta presión. En la etapa 104, la reacción de despolimerización del residuo de polietileno mixto fundido se inicia usando un catalizador en el reactor de alta presión a una temperatura deseada usando calentadores en el reactor de alta presión. El catalizador usado es [Fe-Cu-Mo-P]/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> que puede disponerse, por ejemplo, sobre una cuchilla de agitación, por ejemplo, del reactor de alta presión. El catalizador se prepara uniendo un complejo de hierro-cobre a un soporte de alúmina y haciéndolo reaccionar con heteropolíácido para obtener el catalizador final. La temperatura en el reactor de alta presión está en el intervalo de aproximadamente 300 °C y 600 °C.

- 50 En la etapa 106, la progresión de la reacción de despolimerización del residuo de polietileno mixto fundido se deja continuar hasta que una presión en el reactor de alta presión alcanza un valor deseado. La presión en el reactor de alta presión está en el intervalo de aproximadamente 345 kPa (manométrica) [50 psig] a 2413 kPa (manométrica) [350 psig]. En la etapa 108, el valor deseado de la presión en el reactor de alta presión se varía produciendo diferentes grados de ceras y aceites base. Por ejemplo, los diferentes grados de ceras incluyen ceras que tienen diferentes puntos de fusión que oscilan de 60 °C a 100 °C.

- 60 En la etapa 110, los calentadores se apagan y la reacción de despolimerización del residuo de polietileno mixto fundido se detiene cuando la presión en el reactor alcanza el valor deseado. Durante la reacción de despolimerización, el residuo de polietileno mixto fundido se convierte en cera o aceite base. En la etapa 112, la cera convertida o el aceite base se drena en un recipiente cuando la cera convertida o el aceite base es líquido y está sustancialmente por encima del punto de inflamación.

- 65 Puede observarse que, durante la reacción de despolimerización, no hay gas liberado y así hay una completa recuperación de carbono en forma de ceras o aceites base. En la etapa 114, la coalescencia de las

partículas/impurezas de pigmento en la cera convertida drenada o el aceite base se inicia usando un ciclo de presión de alta a baja. En la etapa 116, las partículas/impurezas de pigmento y la cera convertida o aceite base se dejan sedimentar en el recipiente como capas separadas.

5 La figura 2 muestra, en el contexto de la invención, una gráfica 200 a modo de ejemplo de resultados de cromatografía de gases-espectrometría de masas (CG-EM) de cera microcristalina producida usando procesos existentes. Por ejemplo, la CG-EM es un método que combina características de cromatografía de gases-líquidos y espectrometría de masas para identificar diferentes componentes en la cera microcristalina producida usando procesos existentes (las ceras microcristalinas son el tipo de ceras que tienen puntos de fusión que oscilan de 60 °C y 100 °C y son generalmente más duras que las ceras de parafina). El eje x de la gráfica 200 representa el tiempo de retención y el eje y representa la intensidad.

15 La figura 3 muestra una gráfica a modo de ejemplo 300 de resultados de CG-EM de cera obtenidos de la despolimerización de residuo de polietileno de alta densidad (HDPE), según una realización. La reacción de despolimerización del residuo de HDPE se realiza según el proceso explicado en la figura 1. Se toman aproximadamente 3,5 kg del residuo de HDPE comprado del mercado local para la reacción de despolimerización en el reactor de alta presión (que tiene una capacidad de 6,5 litros). Se llevan a cabo diferentes experimentos para comparar propiedades de la cera obtenida de la reacción de despolimerización con la de la cera microcristalina producida usando los procesos existentes.

20 En el experimento 1 se elige una presión deseada de 140 libras-fuerza por pulgada cuadrada de manómetro (psig). Cuando la presión dentro del reactor de alta presión alcanza 140 psig, la reacción de despolimerización se detiene. La cera obtenida se drena, enfría y prueba para CG-EM. La tabla 1 muestra propiedades de la cera obtenida mediante la reacción de despolimerización comparadas con la cera ARGE comercialmente disponible (un tipo de cera de Fischer-Tropsch).

TABLA 1

Sl. Nº	Propiedades	Cera ARGE comercial	Cera obtenida por despolimerización catalítica de residuo de HDPE
1	Punto de fusión (°C)	105	97
2	Carbonos promedio	47	48
3	Resonancia magnética nuclear (RMN)	Idéntica	Idéntica
4	Solubilidad en acetona (% en peso)	28	17,5
5	Solubilidad en ciclohexano (% en peso)	69	75
6	IR	Idéntico	Idéntico
7	Valor de acidez	0	0
8	Nº de saponificación	0	0

30 Se comparan la gráfica 200 y la gráfica 300. La comparación de la distribución de peso molecular (MWD) se muestra en la tabla 2.

TABLA 2

Sl. Nº	Propiedades	Método de prueba	Cera microcristalina producida usando los procesos existentes	Cera obtenida por despolimerización catalítica de residuo de HDPE
1	Punto de fusión (°C)	Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	67,84	72,42
2	Información estructural	CG-EM	C <sub>20</sub> -C <sub>39</sub>	C <sub>14</sub> -C <sub>41</sub>

35 Puede deducirse de la tabla 2 y las gráficas 200 y 300 que la cera obtenida de la despolimerización del residuo de HDPE tiene MWD más ancha y punto de fusión ligeramente mayor, pero es de otro modo comparable a la cera microcristalina producida usando los procesos existentes.

40 La figura 4 muestra, en el contexto de la invención, una gráfica 400 de análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC) de la cera microcristalina producida usando los procesos existentes. La DSC es una técnica termoanalítica en la que la diferencia en la cantidad de calor requerida para aumentar la temperatura de una muestra y referencia se mide en función de la temperatura. El eje x de la gráfica 400 representa la temperatura y el eje y representa el flujo de calor.

45 La figura 5 muestra una gráfica 500 de análisis de DSC de la cera obtenida de la despolimerización de residuo de HDPE, según una realización. Se comparan la gráfica 400 y la gráfica 500. El punto de fusión de la cera obtenida de la despolimerización del HDPE es aproximadamente el 10 % superior al de la cera microcristalina producida usando los procesos existentes. Además, se encuentra que la cera producida de HDPE tiene una pegajosidad natural que la hace altamente adecuada para abrillantadores de cera y betunes.

El experimento 2 considera que el punto de fusión de la cera es una propiedad importante. El punto de fusión de la cera se determina por el valor deseado de presión dentro del reactor de alta presión. La tabla 3 a continuación muestra diferentes valores de presión que da ceras de diferentes puntos de fusión.

5

TABLA 3

Sl. N°	Presión (psig)	Punto de fusión de la cera producto (°C)
1	50	100
2	80	90
3	110	80
4	140	75
5	200	60

En el experimento 3 se considera la siguiente composición de alimentación en el reactor de alta presión. Debe observarse que HDPE, LDPE y LLDPE están disponibles como gránulos primarios.

10

1. Gránulos primarios de HDPE, LDPE y LLDPE como alimentación pura
2. Materiales residuales de HDPE, LDPE y LLDPE como alimentación pura

15

3. Diversas mezclas de gránulos primarios de HDPE, LDPE y LLDPE
4. Diversas mezclas de materiales residuales de HDPE, LDPE y LLDPE

20

5. Mezcla de (1) y (2)

20

6. Materiales residuales de HDPE, LDPE y LLDPE como alimentaciones puras con 10 % de impurezas de poliestireno y polipropileno.

25

En cada uno de los casos, el valor deseado de presión dentro del reactor de alta presión siguió sin cambiar, que indica que el catalizador es específico para romper los enlaces CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub> y es relativamente insensible a la naturaleza de la alimentación.

30

En el experimento 4 se prepara emulsión en agua de diversas ceras producidas en el experimento 2 y se sigue la siguiente composición:

30

Composición A - Cera 5 g y ácido esteárico 2,5 g

Composición B - Agua 300 g, morfolina 3 g y ácido esteárico 2,5 g

35

Los sólidos en la composición A se mezclan y se funden. Éstos se mezclan con la composición B ya calentada. La emulsión se obtiene con agitación. Puede observarse que la emulsión es estable y la cera no se separa de la fase acuosa. La emulsión así formada forma una capa de cera muy delgada sobre el recubrimiento que tiene fuerza que depende del punto de fusión de la cera usada.

40

En el experimento 5 se produce aceite base para la presión de corte de 250-300 psig (que es la muestra 1) y la presión de corte de 300-350 psig (muestra 2). En una realización, las viscosidades de la muestra 1 y la muestra 2 se determinan en función de la temperatura y tasa de cizallamiento.

45

La figura 6 muestra una gráfica 600 de log cizallamiento frente a log viscosidad de la muestra 1 del aceite base, según una realización. El log cizallamiento se representa en el eje x y el log viscosidad se representa en el eje y de la gráfica 600. La tasa de cizallamiento, fuerza de cizallamiento y la viscosidad de la muestra 1 a 40 °C, 100 °C y 150 °C se facilitan en las tablas 4, 5 y 6.

TABLA 4 (a 40 °C) \*

Tasa de cizallamiento [1/s]	Fuerza de cizallamiento [Pa]	Viscosidad [Pa·s]
0,01	18,9	1,890
0,0147	16,8	1,150
0,0215	16,9	786
0,0316	17,9	566
0,0464	19	410
0,0681	20,5	301
0,1	22,7	227
0,147	25,7	175
0,215	29,6	137

ES 2 516 743 T3

0,316	34,6	110
0,464	41,8	90
0,681	52,9	77,7
1	70,8	70,8
1,47	92,3	62,9
2,15	106	49,2
3,16	112	35,5
4,64	117	25,2
6,81	122	17,9
10	128	12,8
14,7	135	9,22
21,5	145	6,72
31,6	156	4,94
46,4	172	3,71
68,1	193	2,83
100	219	2,19

TABLA 5 (100 °C)

Tasa de cizallamiento [1/s]	Fuerza de cizallamiento [Pa]	Viscosidad [Pa·s]
0,464	0,00276	0,00594
0,681	0,019	0,0278
1	0,0285	0,0285
1,47	0,0669	0,0456
2,15	0,0835	0,0388
3,16	0,0983	0,0311
4,64	0,0751	0,0162
6,81	0,148	0,0217
10	0,157	0,0157
14,7	0,238	0,0162
21,5	0,312	0,0145
31,6	0,441	0,0139
46,4	0,613	0,0132
68,1	0,85	0,0125
100	1,2	0,012

TABLA 6 (150 °C)

Tasa de cizallamiento [1/s]	Fuerza de cizallamiento [Pa]	Viscosidad [Pa·s]
0,01	0,00319	0,319
0,0147	0,00233	0,159
0,0215	0,00202	0,0939
0,0316	0,00055	0,0175
0,0464	0,000423	0,00912
0,0681	0,00258	0,0379
0,1	0,00265	0,0265
0,147	0,00532	0,0363
0,215	0,00772	0,0358
0,316	0,0155	0,0491
0,464	0,0215	0,0464
0,681	0,0295	0,0432
1	0,0374	0,0374
1,47	0,0418	0,0285
2,15	0,0407	0,0189
3,16	0,0574	0,0181
4,64	0,0637	0,0137
6,81	0,0835	0,0123
10	0,104	0,0104
14,7	0,136	0,00924
21,5	0,167	0,00777
31,6	0,214	0,00677
46,4	0,285	0,00614
68,1	0,426	0,00625
100	0,583	0,00583

## ES 2 516 743 T3

La figura 7 muestra una gráfica 700 de log cizallamiento frente a log viscosidad de la muestra 2 del aceite base, según una realización. El log cizallamiento se representa en el eje x y el log viscosidad se representa en el eje y de la gráfica 700. La tasa de cizallamiento, fuerza de cizallamiento y viscosidad de muestra 1 a 40 °C, 100 °C y 150 °C se facilitan en las tablas 6, 7 y 8.

5

TABLA 6 (a 40 °C)

Tasa de cizallamiento [1/s]	Fuerza de cizallamiento [Pa]	Viscosidad [Pa·s]
0,00998	617	61,800
0,0147	632	43,000
0,0215	657	30,500
0,0316	693	21,900
0,0464	736	15,900
0,0681	798	11,700
0,1	879	8,790
0,147	987	6,720
0,215	1,130	5,240
0,316	1,300	4,120
0,464	1,470	3,170
0,681	1,520	2,230
1	1,520	1,510
1,47	1,470	1,000
2,15	1,530	709
3,16	1,720	544
4,64	1,820	393
6,81	2,280	335
10	3,170	316
14,7	3,290	224
21,6	3,070	142
31,6	3,100	97,9
46,4	2,880	62,1
68,1	2,840	41,7
100	2,760	27,6

TABLA 7 (a 100 °C)

Tasa de cizallamiento [1/s]	Fuerza de cizallamiento [Pa]	Viscosidad [Pa·s]
0,00999	175	17,500
0,0147	38,5	2,630
0,0215	39	1,810
0,0316	40,1	1,270
0,0464	44,1	950
0,0681	43,9	644
0,1	45,8	458
0,147	48,1	328
0,215	51,3	238
0,316	53,8	170
0,464	55,4	119
0,681	60,9	89,4
1	69,5	69,5
1,47	76,8	52,3
2,15	83,5	38,8
3,16	84,6	26,8
4,64	82,8	17,8
6,81	74,8	11
10	59,2	5,92
14,7	53,9	3,67
21,5	45,7	2,12
31,5	110	3,49
46,4	40,2	0,867
68,1	50,7	0,744
100	45,8	0,458

TABLA 8 (a 150 °C)

Tasa de cizallamiento [1/s]	Fuerza de cizallamiento [Pa]	Viscosidad [Pa·s]
-----------------------------	------------------------------	-------------------

10

## ES 2 516 743 T3

0,01	11,6	1,160
0,0147	9,23	628
0,0316	5,77	183
0,0464	5,59	120
0,0681	4,54	66,7
0,1	4,48	44,8
0,147	4,46	30,4
0,215	4,46	20,7
0,316	4,61	14,6
0,464	3,86	8,32
0,681	3,9	5,72
1	3,97	3,97
1,47	4,08	2,78
2,15	3,63	1,69
3,16	3,72	1,18
4,64	3,6	0,776
6,81	3,55	0,521
10	3,92	0,392
14,7	4,04	0,275
21,5	3,72	0,173
31,6	4,41	0,14
46,4	5,82	0,125
68,1	7,26	0,107
100	10	0,1

5 Los experimentos anteriormente mencionados sugieren que la presión de corte más pequeña da aceites base con mayor viscosidad. A medida que aumenta la temperatura del aceite base, el valor de la viscosidad disminuye como era de esperar. Para una temperatura y presión de corte dada, la viscosidad depende de la tasa de cizallamiento y disminuye drásticamente. Hasta 100 por segundo de tasa de cizallamiento, la viscosidad disminuye un factor de 1000, conduciendo a un aumento en la lubricación del mismo factor. Esto indica que el aceite base tiene una capacidad natural para dar un alto grado de lubricación.

10 La figura 8 muestra un diagrama de bloques 800 de un dispositivo para producir ceras y aceites base mediante despolimerización catalítica de plásticos residuales, según una realización. Particularmente, el dispositivo incluye una extrusora 802, un horno 830, un reactor 804, un condensador 806, un tambor 808, un tambor 810 y una bandeja 828.

15 La extrusora 802 es un barril de cuatro pulgadas que tiene veinticuatro pulgadas de longitud. La extrusora 802 precalienta el residuo de polietileno y empuja el residuo de polietileno fundido al reactor 804. La extrusora 802 opera a 300 °C y empuja el residuo de polietileno fundido mediante una válvula 816. En una realización, el precalentamiento del residuo de polietileno puede posibilitar menor tiempo de procesamiento del residuo de polietileno en el reactor 804, ya que el precalentamiento tiene lugar fuera del reactor 804 (en la extrusora 802). Además, se garantiza un proceso semi-continuo en el reactor 804.

20 El reactor 804 tiene 2 cm de espesor, 15 cm de diámetro y 30 cm de longitud y tiene una capacidad de trabajo de 6,5 litros. Como se muestra, el horno 830 incluye calentadores 812 para calentar el reactor 804. La temperatura en el reactor 804 se mantiene a 450 °C. El reactor 804 incluye un agitador 814, una presión manométrica 822 y un cubo de catalizador 824. El reactor 804 se diseña de tal forma que las paredes del reactor 804 resistan alta temperatura y presiones durante el proceso de despolimerización. El cubo de catalizador 824 lleva un catalizador que acelera la reacción de despolimerización del residuo de polietileno fundido en el reactor 804. En un ejemplo realización, el catalizador usado es [Fe-Cu-Mo-P]/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

30 En operación, si el reactor 804 recibe el residuo de polietileno fundido, la temperatura baja de 450 °C. Si la temperatura disminuye, la temperatura de los calentadores 812 aumenta para garantizar que la presión dentro del reactor 804 se mantenga a una presión atmosférica cerrando una válvula 818 y abriendo una válvula 820. La presión dentro del reactor 804 se mide usando el manómetro 822. En una realización, la presión dentro del reactor 804 afecta la calidad de la cera formada. Puede observarse que el volumen del residuo de polietileno fundido que se alimenta al reactor 804 se duplica a la temperatura dentro del reactor 804.

35 Se cerraron la válvula 816 y la válvula 820 para aumentar la presión en el reactor 804. Cuando se alcanza una presión deseada (en el intervalo de 345 kPa (manométrica) [50 psig] a 2413 kPa (manométrica) [350 psig]) dentro del reactor 804, los calentadores 812 se apagan y la reacción de despolimerización se detiene. La reacción de despolimerización dura aproximadamente una hora en el reactor 804. La válvula 820 se abre gradualmente y la presión dentro del reactor 804 se deja disminuir a una presión atmosférica. El vapor del reactor 804 escapa mediante la válvula 820 al condensador 806 y finalmente se recoge en el tambor 808. La temperatura dentro del

reactor 804 sigue sin cambiar.

5 A medida que la presión en el reactor 804 disminuye a una presión atmosférica, la válvula 820 se cierra y la válvula 818 se abre para drenar el material producido. La reducción de presión a una atmósfera dentro del reactor 804 inicia el proceso de coalescencia de impurezas de pigmento orgánico e inorgánico (tal como carbono, carbonato cálcico, etc.) presentes junto con el residuo de polietileno. Las impurezas de pigmento coalescen y se depositan como capas separadas mediante manipulación de las válvulas 816, 818 y 820. No hay requisito de un proceso adicional para separar las impurezas de pigmento de las ceras y aceites base producidos. Así, ciclos de alta a baja presión dentro del reactor 804 separan las impurezas de pigmento, dejando atrás ceras y aceites base puros. La ligera cantidad de presión que se desarrolla dentro del reactor 804 empuja los productos producidos del reactor 804 al tambor 810.

15 Si los productos se vierten en el tambor 810 a más de 400 °C, pueden producirse pequeñas cantidades de vapores de hidrocarburo. Una tubería 826 sobre el tambor 810 garantiza que los vapores del hidrocarburo así formados no escapen a la atmósfera y se condensan completamente dentro del tambor 810. Estos vapores de hidrocarburo forman una cubierta protectora sobre la parte superior de la cera o el aceite base previniendo que la cera y los aceites base se pongan en contacto directo con la atmósfera y su combustión. Los productos recogidos en el tambor 810 se condensan a 200 °C y luego se drenan a la bandeja 828. Este proceso garantiza que los productos líquidos puedan drenarse fuera a más de 400 °C, aún cuando una temperatura tal esté significativamente por encima del punto de inflamación de las ceras o aceites base.

20 La reducción de la presión y extracción del material producido del reactor 804 puede durar aproximadamente 30 minutos. Así, un ciclo de la despolimerización catalítica puede durar aproximadamente dos horas y media. Puede observarse que la reacción de despolimerización no es sensible a impurezas tales como polipropileno y poliestireno hasta aproximadamente el 10 % presente a lo largo del residuo de polietileno. Pueden obtenerse ceras y aceites base de calidad especificada manipulando las condiciones de proceso y las válvulas 818 y 820. Por ejemplo, manipulando la presión deseada dentro del reactor 804 se obtienen ceras de diferentes grados (por ejemplo, que tienen diferentes puntos de fusión).

30 En diversas realizaciones, los procesos descritos en las figuras 1 a 8 usan un nuevo catalizador que no se desactiva y dura durante más de un año de uso en el proceso, haciendo así el proceso económico. El catalizador es estable a todas las temperaturas de reacción de 300 °C - 600 °C y despolimeriza HDPE, LDPE y LLDPE igualmente. El catalizador también está sin afectar por cualquier impureza de pigmento. Además, el uso de la extrusora para precalentar el residuo de polietileno garantiza que el residuo de polietileno fundido a altas temperaturas se alimente al reactor. Esto puede también permitir un proceso semi-continuo en el reactor. Durante el proceso anteriormente descrito hay una recuperación de carbono total del residuo de polietileno en productos deseados, que hace el proceso ecológico.

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Un proceso de conversión de residuo de polietileno mixto para preparar ceras y aceite base mediante despolimerización catalítica, que comprende:
- 5 precalentar el residuo de polietileno mixto para formar un residuo de polietileno mixto fundido;
- empezar la reacción de despolimerización del residuo de polietileno mixto fundido usando un catalizador en un reactor de alta presión a una temperatura deseada en el intervalo de 300 °C a 600 °C usando calentadores en el reactor de alta presión;
- 10 dejar que la progresión de la reacción de despolimerización del residuo de polietileno mixto fundido continúe hasta que una presión en el reactor de alta presión alcance un valor deseado en el intervalo de 345 kPa (manométrica) [50 psig] a 2413 kPa (manométrica) [350 psig]; y
- 15 apagar los calentadores y detener la reacción de despolimerización del residuo de polietileno mixto fundido tras alcanzar la presión en el reactor el valor deseado y en el que el residuo de polietileno mixto se convierte en cera o un aceite base;
- 20 en el que el catalizador es [Fe-Cu-Mo-P]/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> preparado uniendo un complejo de hierro-cobre a un soporte de alúmina y haciéndolo reaccionar con heteropoliácido.
- 2.- El proceso de la reivindicación 1, que comprende además:
- 25 drenar la cera convertida o aceite base en un recipiente cuando la cera convertida o aceite base es líquido y está sustancialmente por encima del punto de inflamación.
- 3.- El proceso de la reivindicación 1, en el que el precalentar el residuo de polietileno mixto para formar el residuo de polietileno mixto fundido comprende:
- 30 precalentar el residuo de polietileno mixto usando una extrusora para formar el residuo de polietileno mixto fundido y en el que la extrusora está unida al reactor.
- 35 4.- El proceso de la reivindicación 3, que comprende además:
- empujar de forma sustancialmente continua el residuo de polietileno mixto al reactor tras alcanzar el polietileno mixto el estado fundido en la extrusora.
- 40 5.- El proceso de la reivindicación 1, en el que el residuo de polietileno mixto comprende polietileno seleccionado del grupo que consiste en polietileno de baja densidad (LPDE), polietileno de baja densidad lineal (LLDPE) y polietileno de alta densidad (HDPE).
- 45 6.- El proceso de la reivindicación 1, en el que el residuo de polietileno mixto comprende impurezas de hasta aproximadamente el 10 %, y en el que las impurezas comprenden materiales seleccionados del grupo que consiste en polipropileno y poliestireno.
- 7.- El proceso de la reivindicación 1, que comprende además:
- 50 variar el valor deseado de la presión en el reactor de alta presión para producir diferentes grados de ceras y aceites base.
- 8.- El proceso de la reivindicación 2, que comprende además:
- 55 inducir la coalescencia de partículas/impurezas de pigmento en la cera convertida drenada o aceite base usando un ciclo de presión de alta a baja; y
- dejar que las partículas/impurezas de pigmento y la cera convertida o aceite base se depositen en el recipiente como capas separadas.
- 60 9.- Un proceso de conversión de gránulos primarios de polietileno para preparar ceras y aceite base mediante despolimerización catalítica, que comprende:
- precalentar los gránulos primarios de polietileno para formar gránulos primarios fundidos de polietileno;
- 65 empezar la reacción de despolimerización de los gránulos primarios fundidos de polietileno usando un catalizador en una reactor de alta presión a una temperatura deseada en el intervalo de 300 °C y 600 °C usando calentadores en el

## ES 2 516 743 T3

reactor de alta presión;

5 dejar que la progresión de la reacción de despolimerización de los gránulos primarios fundidos de polietileno continúe hasta que una presión en el reactor de alta presión alcance un valor deseado en el intervalo de 345 kPa (manométrica) [50 psig] a 2413 kPa (manométrica) [350 psig]; y

10 apagar los calentadores y detener la reacción de despolimerización de los gránulos primarios fundidos de polietileno tras alcanzar la presión en el reactor el valor deseado y en el que los gránulos primarios de polietileno se convierten en cera o aceite base;

en el que el catalizador es [Fe-Cu-Mo-P]/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> preparado uniendo un complejo de hierro-cobre a un soporte de alúmina haciéndolo reaccionar con heteropoliácido.

15 10.- El proceso de la reivindicación 9, que comprende además:

drenar la cera convertida o el aceite base en un recipiente cuando la cera convertida o aceite base es líquido y está sustancialmente por encima del punto de inflamación mientras que se induce la coalescencia de las partículas/impurezas de pigmento en la cera convertida drenada o aceite base usando un ciclo de alta a baja presión; y

20 dejar que las partículas/impurezas de pigmento y la cera convertida o aceite base se depositen en el recipiente como capas separadas.

25 11.- El proceso de la reivindicación 9, que comprende además:

empujar de forma sustancialmente continua los gránulos primarios de polietileno al reactor tras alcanzar los gránulos primarios de polietileno el estado fundido en la extrusora.

30 12.- El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el catalizador está dispuesto sobre una cuchilla de agitación.

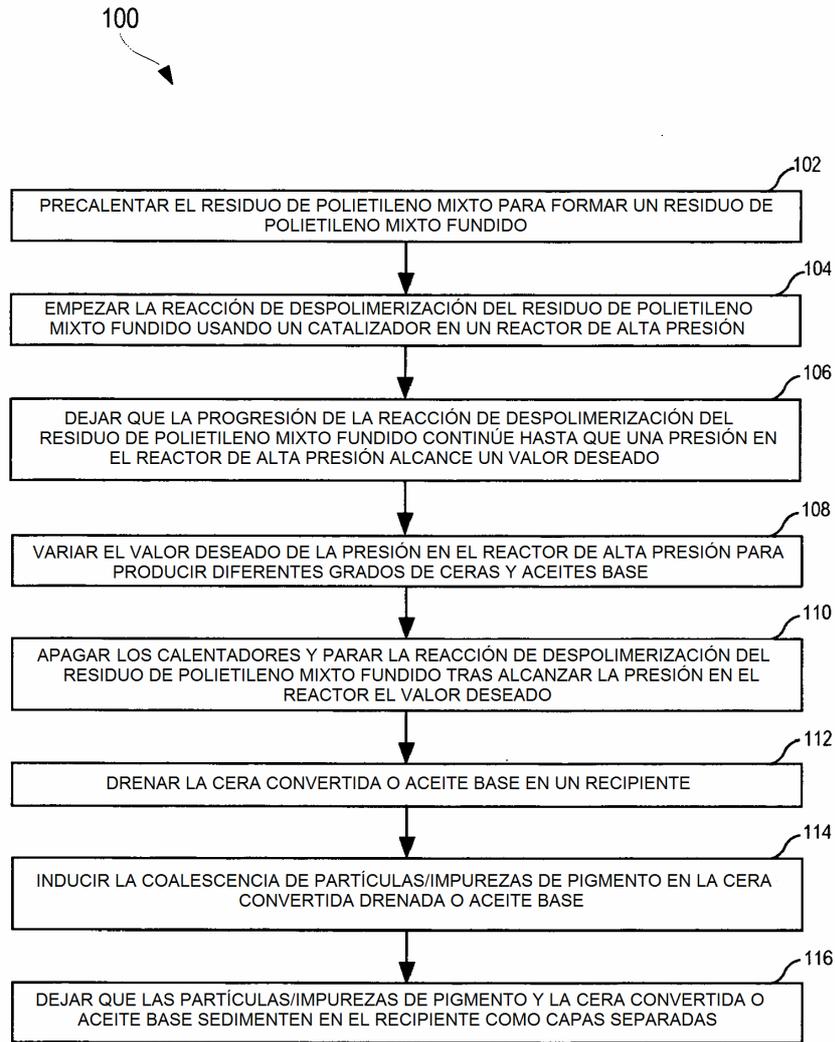


FIG. 1

200  
↙

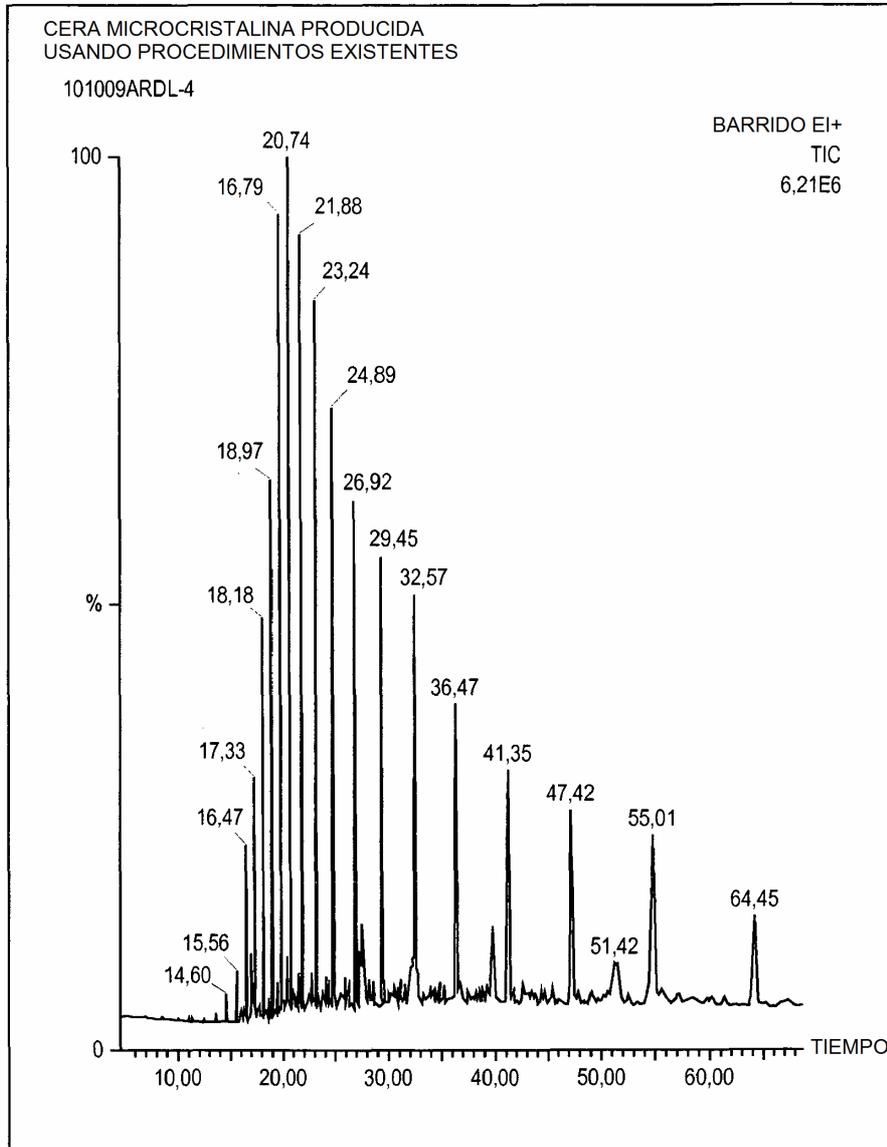


FIG. 2

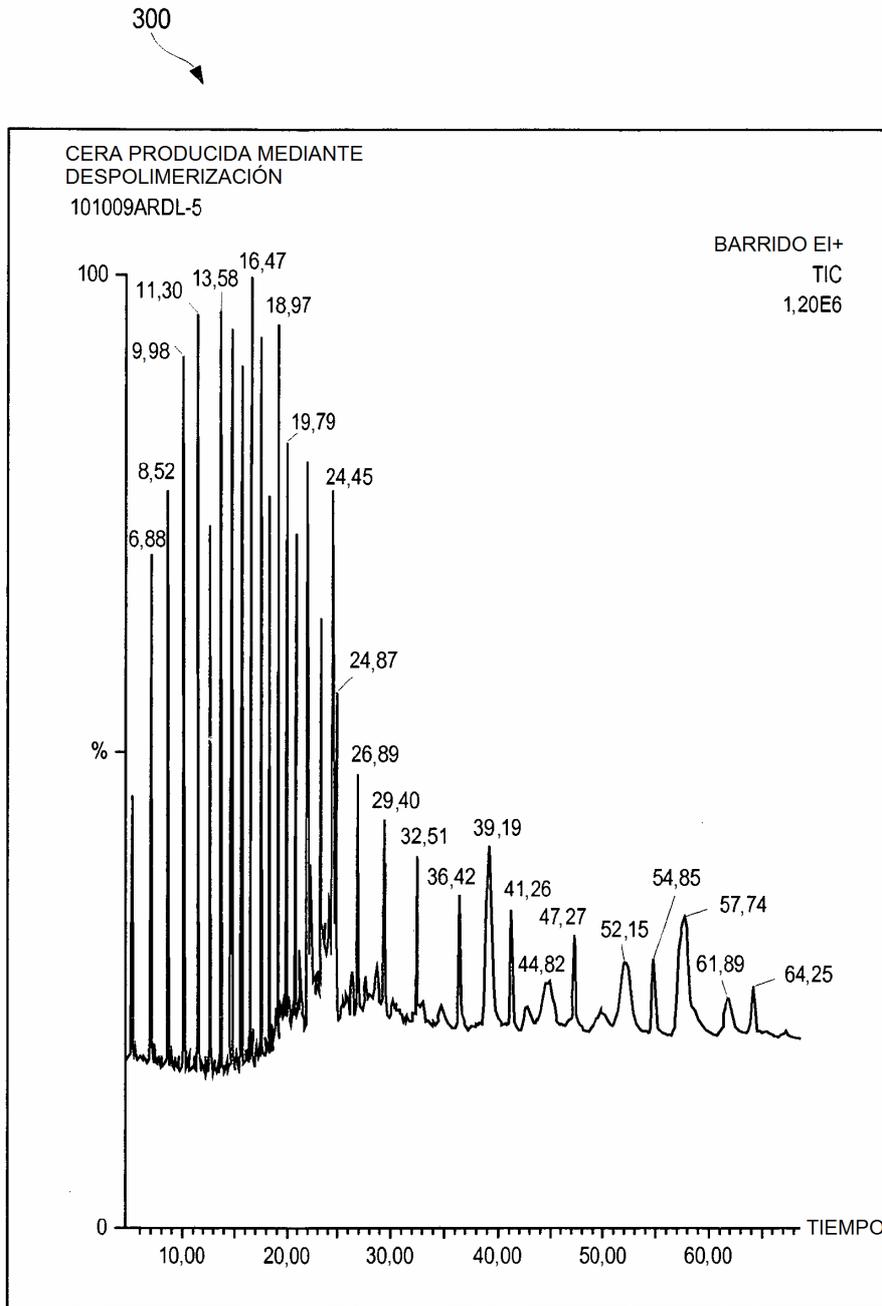


FIG. 3

400

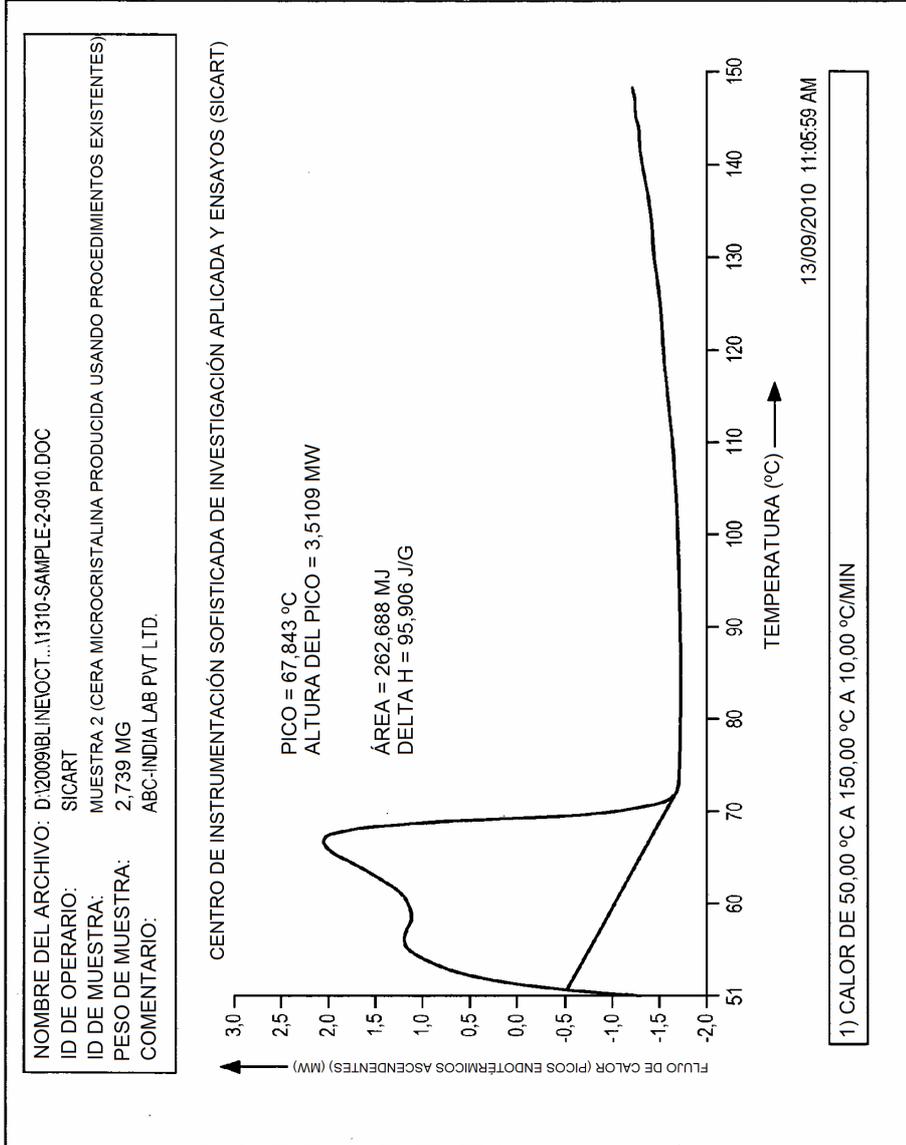


FIG. 4

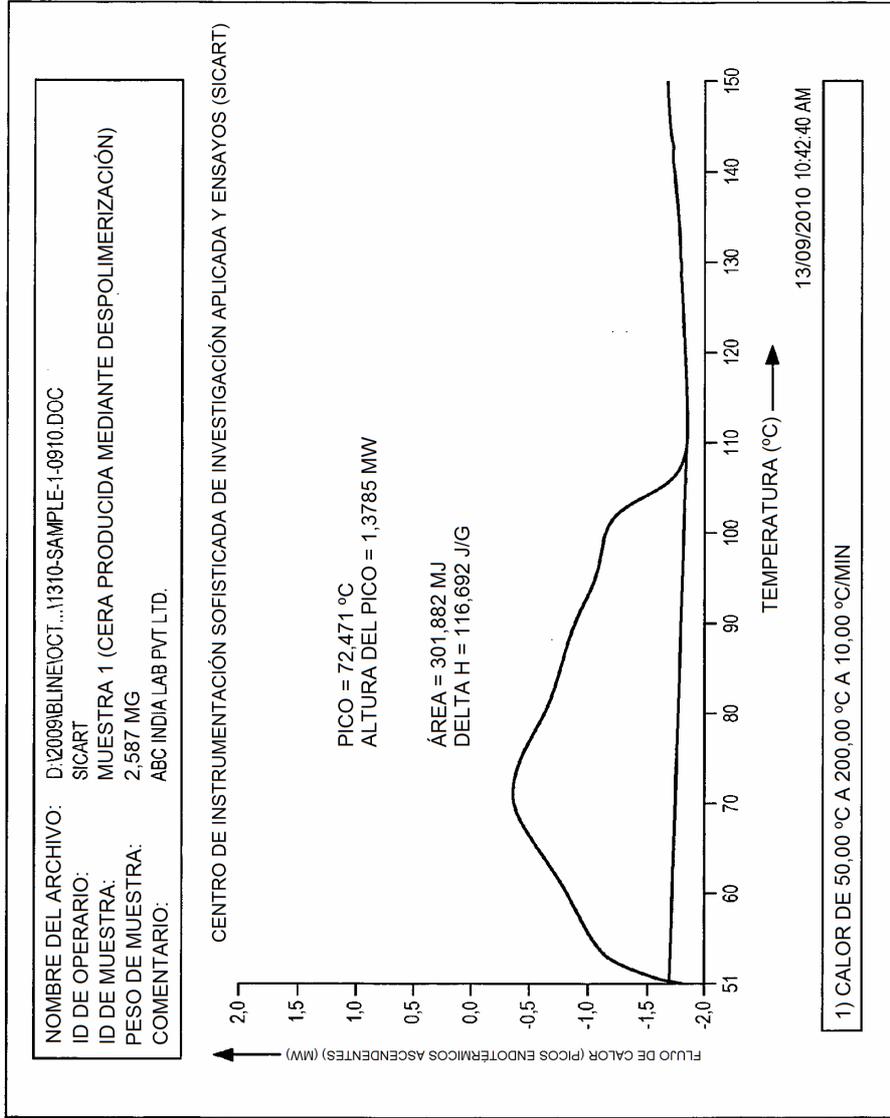


FIG. 5

600

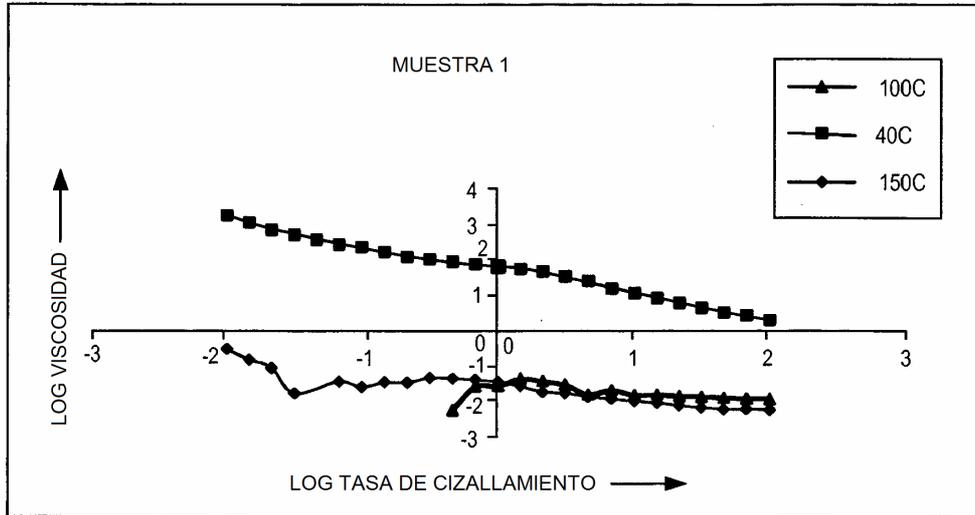


FIG. 6

700

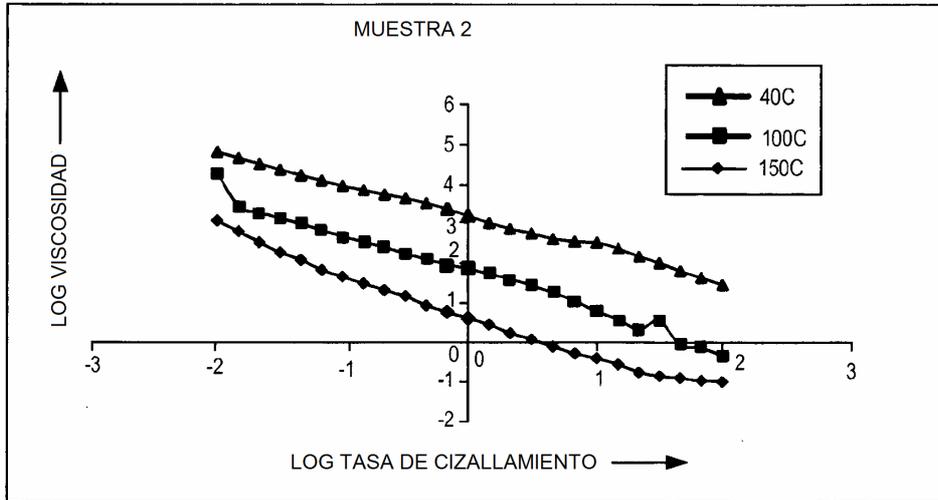


FIG. 7

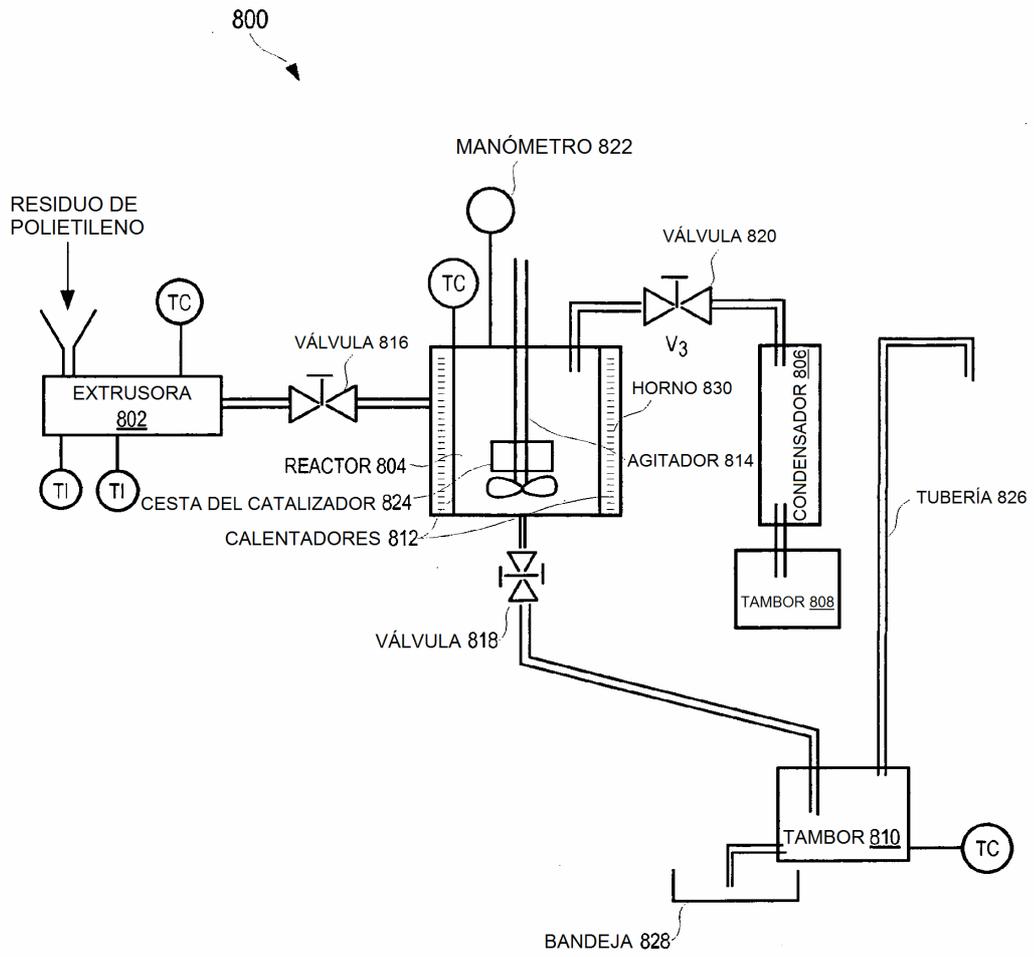


FIG. 8