

Delegatura de P
División de Nu

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-135361-00000-0000

Fecha: 2010-11-02 13:32:05 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 37

SOLICITUD
PATENTE DE INVENCION

10-135361

21. EXPEDIENTE No. _____

54. TÍTULO PROCESOS Y SISTEMAS PARA PRODUCIR PRODUCTOS DE
HIDROGENOLISIS DE ALCOHOLES POLIHIDRICOS

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL C07C 29/60; C07C 31/20

71. SOLICITANTE BATTELLE MEMORIAL INSTITUTE

DOMICILIO RICHLAND, ESTADO DE WASHINGTON, E.U.A.

74. APODERADO GERMAN CASTILLO GRAU

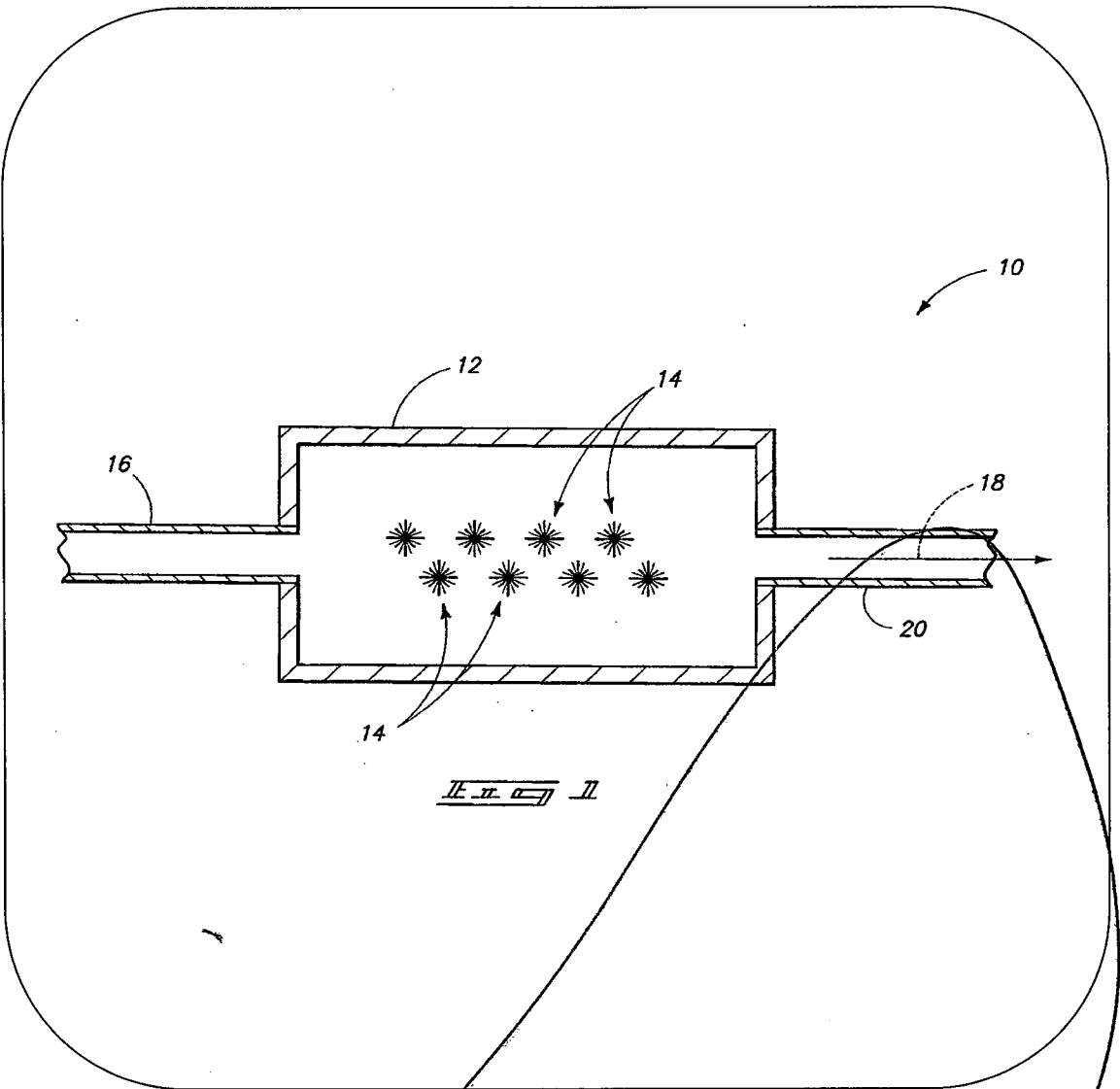
22. BOGOTÁ, D.C., _____

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		PETITORIO	
		SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO  No. 10-135361-00000-0000 Fecha: 2010-11-02 13:32:05 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI Act. 411 PRESENTACION Folios: 37	
FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTES PCT ENTRADA EN FASE NACIONAL			
SOLICITUD DE:			
1		☒ Patente de Invención ☐ Patente de Modelo de Utilidad	
☒ Capítulo I		☐ Capítulo II	
2 SOLICITANTE	Nombre: BATTELLE MEMORIAL INSTITUTE		IDENTIFICACION ☐ C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro Cúal _____ Número _____
	Dirección: 902 Battelle Boulevard, P.O. Box 999 Nacionalidad o Domicilio: Richland, Estado de Washington, E.U.A. Lugar de Constitución: E.U.A. Teléfono: _____ Fax: _____ E- mail: _____		
3 REPRESENTANTE O APODERADO	Nombre: GERMAN CASTILLO GRAU		IDENTIFICACIÓN ☒ C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro Cúal _____ Número <u>17.017.671</u> TP <u>2.978</u> de Bogotá del C.S.J
	Dirección: Carrera 13 No. 37 - 43 Piso 12 Teléfono: 285 7460 Fax: 285 9267 E- mail: info@castillograu.com		
4 INVENTOR (ES) (72)		Nombre: Johnathan E. Holladay; Danielle S. Muzatko; James F. White; Alan H. Zachler Dirección: 902 Battelle Boulevard, P.O. Box 999 Nacionalidad o Domicilio: Richland, Estado de Washington, E.U.A.	
5 PCT (86) Solicitud Internacional No. <u>PCT/US2009/040551</u> Fecha <u>Abril 14, 2009</u> Solicitud Internacional No. <u>WO 2009/129256 A1</u> Fecha <u>Octubre 22, 2009</u> Cambio Título			
6 Título (54) ~~PROCESOS Y SISTEMAS PARA PRODUCIR PRODUCTOS DE~~ ~~HIDROGENÓLISIS DE ALCOHOLES POLIHÍDRICOS~~ Un sistema de Hidrogenólisis para producir productos de Hidrogenólisis de alcoholes polihídricos y procesos para los mismos			
7 Clasificación Internacional (51) C07C 29/60; C07C 31/20			
8 Prioridad ☒ SI ☐ NO	(33)País de Origen	(32) Fecha	(31) Número de Solicitud
	E.U.A.	Abril 16, 2008	12/104,394
9 Comprobante de pago No. <u>92825</u> Fecha _____			
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página			

10 Anexos

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☐ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☐ Poderes, si fuere el caso.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos)
- ☐ Copia del examen preliminar internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen preliminar (IPEA)
- ☐ Traducción de examen preliminar internacional efectuado por la (IPEA)
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico
- ☒ Arte final 12x12.
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☐ De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional.
- ☐ Otros

11 FIGURA CARACTERÍSTICA:



12 Solicito la concesión de la patente.

NOMBRE: GERMAN CASTILLO GRAU

FIRMA:

C.C.

17.017.671 de
Bogotá

TP

2.978
de G.S.J.

Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página.

3

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-135361- -00000-0000

Fecha: 2010-11-02 13:32:05 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 37

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 10 - 92,825
FECHA : NOVIEMBRE 2 DE 2010

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CASTILLO GRAU Y ASOCIADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	395135042	02/11/2010	9,697,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	554,000.00
		TOTAL :	\$ 554,000.00

SON: QUINIENTOS CINCUENTA Y CUATRO MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

PROCESOS Y SISTEMAS DE PRODUCCIÓN QUÍMICA

CAMPO TÉCNICO

La presente revelación se relaciona con procesos y sistemas de producción química.

ANTECEDENTES

Conforme ha aumentado la producción de los compuestos de alcoholes multihídricos, puede ser deseable convertir estos compuestos en compuestos de mayor valor. Por ejemplo, métodos de producción de combustible biodiesel pueden dar lugar a la producción de subproductos compuestos de alcohol multihídrico como el glicerol. Este glicerol se puede convertir en polioles de mayor valor como el propilenglicol. Esta conversión puede ser deseable para eliminar la corriente de subproductos de desecho del glicerol. La presente revelación proporciona procesos y sistemas de producción química que permiten hacer la conversión de compuestos de alcohol multihídrico.

RESUMEN

Se proporcionan sistemas de hidrogenólisis que pueden incluir un depósito de reactante configurado para que contenga un compuesto de alcohol polihídrico y un reactor acoplado al depósito de reactante, el cual reactor aloja catalizador de hidrogenólisis que comprende Ru y está configurado para exponer el compuesto de alcohol polihídrico al catalizador, en donde el contenido del reactor se mantiene a un pH neutro o ácido durante la exposición. Se proporcionan reactores de hidrogenólisis que contienen una mezcla que comprende un compuesto de alcohol polihídrico y una composición de Ru, en donde un pH de la mezcla es neutro o ácido.

Se proporcionan procesos de hidrogenólisis que pueden incluir exponer un compuesto de alcohol polihídrico a un catalizador que comprende Ru para formar una mezcla, en donde la mezcla tiene un pH neutro o ácido.

Los procesos para hacer la hidrogenólisis de compuestos de alcohol polihídrico también incluyen exponer una mezcla reactante a un catalizador que comprende Ru y al tiempo que se expone la mezcla al catalizador, mantener el contenido del reactor a un pH neutro o ácido. Los procesos también incluyen proporcionar una mezcla reactante que comprende un compuesto de alcohol polihídrico y una base, en donde un cociente de peso de la base al compuesto es de entre 0,01 y 0,05 y exponer la mezcla a un catalizador para por lo menos hidrogenolizar parcialmente una porción del compuesto de alcohol polihídrico.

Se proporcionan sistemas de hidrogenólisis que incluyen un depósito de reactante acoplado a un reactor, el cual depósito está configurado para confinar una mezcla reactante, la cual mezcla reactante comprende un compuesto de alcohol polihídrico y una base, en donde un cociente de peso de la base al compuesto es menor de 0,05. Los sistemas también incluyen un reactor acoplado tanto a un depósito de reactante como a un depósito de producto, una mezcla reactante dentro del depósito de reactante, la cual mezcla reactante comprende un compuesto de alcohol polihídrico y una base, una mezcla de producto dentro del depósito de producto, el cual depósito de producto comprende un compuesto de alcohol polihídrico

hidrogenolizado y sales de ácidos orgánicos y en donde los moles de base son sustancialmente equivalente a los moles de sales o ácidos orgánicos.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

A continuación se describen Modalidades de la revelación haciendo referencia a los siguientes dibujos acompañantes.

La Fig. 1 es una porción de un sistema de producción química de acuerdo con una modalidad de la revelación.

La Fig. 2 es una representación gráfica de los datos adquiridos utilizando los procesos y métodos descritos de acuerdo con una modalidad.

La Fig. 3 es una representación gráfica de los datos adquiridos utilizando los procesos y métodos descritos de acuerdo con una modalidad.

La Fig. 4 es una representación gráfica de los datos adquiridos utilizando los procesos y métodos descritos de acuerdo con una modalidad.

La Fig. 5 es una representación gráfica de los datos adquiridos utilizando los procesos y métodos descritos de acuerdo con una modalidad.

La Fig. 6 es una representación gráfica de los datos adquiridos utilizando los procesos y métodos descritos de acuerdo con una modalidad.

La Fig. 7 es una representación gráfica de los datos adquiridos utilizando los procesos y métodos descritos de acuerdo con una modalidad.

La Fig. 8 es un sistema de producción química de acuerdo con una modalidad de la revelación.

DESCRIPCIÓN

Los procesos de producción de químicos y sistema se describen haciendo referencia a las Figs. 1-8. Haciendo referencia primero a la Fig. 1, se muestra una porción de un sistema de producción química 10 que incluye un reactor 12 que aloja un catalizador 14. El reactor 12 se puede configurar para que esté en comunicación fluida con una corriente de reactante 16 y una corriente de producto 18. El reactor 12 dentro del sistema 10 se puede configurar como un reactor en línea, pero la presente revelación no está así limitada. Por ejemplo, se pueden utilizar otros reactores dentro del sistema 10. Los procesos químicos pueden ser facilitados en cualquier reactor apropiado para usar en las condiciones deseadas de temperatura, presión, solvente y tiempo de contacto. Algunos ejemplos de reactores incluyen, pero sin limitaciones: lecho de goteo, reactores de burbujeo en columna y tanques de agitación continua.

La corriente de reactante 16 acoplada al reactor 12 puede ser recibida de un depósito configurado para que contenga un compuesto de alcohol polihídrico. Este compuesto de alcohol polihídrico puede estar incluido en una solución acuosa que contienen tanto como 90% de agua, por ejemplo. De acuerdo con las modalidades ejemplares, la corriente de reactante 16 puede contener tanto como 55% de agua y/o cerca de 45% de compuesto de alcohol polihídrico. De acuerdo con otras modalidades, la corriente 16 puede contener entre 20% y 40% de compuesto polihídrico y una base. La base puede ser cerca de 2% de la

6

corriente. Las modalidades ejemplares del proceso dan cabida a que la corriente tenga cociente de peso de base a compuesto polihídrico. El cociente de peso puede ser menor de 0,05 o entre 0,01 y 0,05 o entre 0,025 y 0,05 o de 0,01 a 0,025. La corriente de reactante 16 no contiene un compuesto básico de acuerdo con las modalidades ejemplares.

De acuerdo con las modalidades ejemplares, la corriente de reactante, el contenido del reactor, y/o la corriente de producto así como los depósitos asociados con el reactante y/o la corriente del producto se pueden mantener un pH neutro o ácido. Neutro puede ser una condición del sistema que puede caracterizarse por la concentración aparente de H^+ que es sustancialmente igual a la concentración aparente de OH^- en el sistema. Ácida puede ser una condición del sistema que puede caracterizarse porque la concentración aparente de H^+ es mayor que la concentración aparente de OH^- en el sistema. Básica puede ser una condición del sistema que puede caracterizarse porque la concentración aparente de H^+ es menor que la concentración aparente de OH^- en el sistema.

Para los propósitos de determinar estas características del sistema, se entiende que para muchos sistemas, un valor de pH de 7,0 puede no representar una solución neutra porque el valor de pH puede variar de acuerdo con la temperatura de la solución, efectos solventes de los compuestos en la solución y actividad iónica relativa de los compuestos participantes, por ejemplo. Sin embargo, sustancialmente los sistemas de la revelación que contienen agua pueden tener un pH de la corriente de reactante 16 que puede ser menor o igual a 7,0. Otros sistemas, sustancialmente los sistemas orgánicos por ejemplo, como sistemas altos en compuestos de alcohol polihídrico se pueden considerar neutros aunque tienen mediciones de pH por encima de 7,0.

De acuerdo con las modalidades ejemplares, el compuesto de alcohol polihídrico puede incluir n grupos hidroxilo, en donde n es de 2 a 6 grupos hidroxilo o de 2 a 3 grupos hidroxilo. El compuesto de alcohol polihídrico puede ser un compuesto orgánico que contiene oxígeno como un C-3 triol, por ejemplo. El compuestos de alcohol polihídrico también puede incluir, pero sin limitaciones, glicerol y/o sorbitol.

La corriente de reactante 16 puede incluir una materia prima para el sistema. Tal materias primas puede incluir, pero sin limitaciones, azúcares, azúcar alcoholes, glicerol, lactato o ácido láctico. Los azúcares pueden incluir aquellos que contienen cadenas de 6 carbonos, como glucosa, galactosa, maltosa, lactosa, sacarosa, alosa, altrosa, manosa, gulosa, idosa y talosa (mencionados aquí como "azúcares de 6 carbonos"). Otro grupo de azúcares son los azúcares que contienen cadenas de 5 carbonos, como ribosa, arabinosa, xilosa y lyxosa (mencionados aquí como "azúcares de 5 carbonos"). Los azúcares alcoholes pueden incluir xilitol y sorbitol, o similares, por ejemplo.

Las materias primas pueden ser materiales puros, mezclas purificadas o materiales crudos como caldo de fermentación. Algunas materias primas están comercialmente disponibles. Algunas materias primas podrían obtenerse como subproductos de otros procesos como el procesamiento del maíz. En efecto, otra ventaja de la presente invención es que, en algunas modalidades, el proceso puede usar materiales que de otra forma se tratarían como

X

desechos. Las materias primas también pueden ser intermediarios que se forman como parte de un proceso más grande o en el mismo proceso (como azúcar alcoholes producidos en la etapa inicial de hidrogenar un azúcar). En cuanto a algunos materiales de base biológica, puede ser deseable filtrarlos y/o pasarlos a través de una o más columnas de intercambio de iones.

Las materias primas pueden incluir agua o un solvente no acuoso.

Los solventes no acuosos pueden incluir metanol, etanol, etilenglicol, propilenglicol, n-propanol e i-propanol. El agua puede ser deseable a causa de su carencia de toxicidad y su prevalencia en procesos de fermentación. Los procesos inventivos tienen amplia aplicabilidad y, en algunas modalidades, la materia prima puede incluir proteínas y otros materiales. Las materias primas contienen 20 a 60 p% de reactantes y el resto está sustancialmente compuesto de solvente.

La corriente de reactante 16 puede incluir un agente reductor como, por ejemplo, H_2 . De acuerdo con las modalidades ejemplares, un porcentaje molar del agente reductor al compuesto de alcohol polihídrico dentro de corriente de reactante 16 puede ser de por lo menos cerca de 35% del compuesto polihídrico. La corriente de reactante 16 puede estar en comunicación fluida con el reactor 12 y por ende la corriente de reactante 16 se puede exponer al catalizador 14 dentro del reactor 12. Aunque se representa como un conducto único, la corriente de reactante 16 se puede configurar como múltiples conductos todos en comunicación fluida con el reactor 12. Por ejemplo, cada uno de los ejemplos de componentes de corriente de reactante 16 descritos arriba (es decir, compuesto de alcohol polihídrico, agua, y/o agente reductor) se pueden proporcionar al reactor 12 a través de su propio conducto y/o en combinación con otros componentes por conductos separados.

El catalizador 14 dentro del reactor 12 puede ser un catalizador de hidrogenólisis.

De acuerdo con las modalidades ejemplares, este catalizador puede comprender Ru. El catalizador 14 también puede comprender uno o más de Ru, Zn, Cd, S, Te, Cu, Re y Sn. El catalizador 14 también puede comprender carbono, por ejemplo. Dentro del reactor 12, el catalizador 14 se puede considerar como la fase sólida y la corriente de reactante 16 se puede considerar como la fase líquida como una combinación dentro del reactor. La fase sólida puede comprender el catalizador y la fase líquida puede comprender al reactante. La corriente de reactante 16 puede constituir la mayoría de la fase líquida dentro del reactor 12, por ejemplo. El pH de la fase líquida puede ser menor de 7,0 y la fase sólida dentro de este reactor puede comprender uno o más de Ru, Zn, Cd, S, Te, Cu, Re y Sn.

De acuerdo con las modalidades ejemplares, una fase sólida dentro del reactor 12 puede incluir una composición de Ru. Esta composición de Ru puede ser promovida con uno o más de Zn, Cu, Cd, S, Te, Cu, y/o Sn. Esta composición de Ru puede incluir carbono. Por ejemplo, la composición de Ru puede incluir por lo menos cerca de 5% (p/p) de Ru. La composición de Ru también puede comprender de cerca de 0,1% (p/p) a cerca de 1% (p/p) de promotores como los arriba descritos. El sistema 10 se puede configurar para exponer la

J

mezcla reactante 16 al catalizador 14 al tiempo que se mantiene un pH del contenido de reactor 12 por debajo de 7.0,

Los catalizadores de preferencia se hacen con técnicas de impregnación de humedad incipiente. Un soporte poroso se puede comprar o preparar por métodos conocidos. Un precursor de metal catalítico se prepara o se obtiene. El precursor se puede preparar, por ejemplo, disolviendo un metal compuesto en agua o ácido o comprando un precursor en solución. El precursor puede estar en la forma de un catión o un anión. Un precursor típico para níquel puede ser nitrato de níquel disuelto en agua. Un precursor típico para rutenio puede ser cloruro de rutenio. Un precursor típico para renio puede ser ácido perrénico. Cada uno de los materiales precursores puede estar en forma líquida o en forma sólida; estas partículas también pueden contener otros componentes como halógenos, cationes, aniones, etc. En algunas modalidades, se pueden evitar los solventes orgánicos y la solución de impregnación del precursor se puede preparar únicamente en agua. Las condiciones para preparar soluciones de precursores pueden depender del tipo de metal y los ligandos disponibles. En el caso de un soporte en partículas, como carbón activado en polvo, la composición del soporte y el precursor se pueden mezclar en una suspensión. El soporte puede no estar recubierto por una capa depositada al vapor y un método de hacer el catalizador puede no incluir un paso de depósito al vapor. Un metal catalizador se puede depositar a continuación o en simultánea con el depósito de un óxido metálico. Los componentes del metal catalizador pueden impregnarse dentro del soporte en un único paso, o en procesos de impregnación de varios pasos. De acuerdo con un método llevado a la práctica, el precursor para el componente catalizador se puede preparar en una solución única que es equivalente en volumen a la cantidad medida de solvente que el soporte poroso captará para llenar todo el volumen de los poros. Esta solución se puede añadir al soporte seco de manera que sea absorbida por el soporte y llene el volumen disponible de los poros. El soporte entonces se puede secar al vacío con el fin de remover el solvente y dejar que el precursor de metal catalítico recubra la superficie del soporte. La reducción subsiguiente puede reducir el material catalítico a su estado metálico u otro estado de oxidación y puede disociar el metal de su anión o catión empleado para hacer que el metal sea soluble. El catalizador se puede reducir antes del uso.

De acuerdo con las modalidades ejemplares, el catalizador 14 puede comprender uno o ambos de Ni y Re. A través del conducto 16, el catalizador 14 se puede exponer a un agente reductor. Un ejemplo de agente reductor es el H_2 . El catalizador 14 se puede exponer a este agente reductor en ausencia de compuestos de alcohol polihídrico como el glicerol. De acuerdo con las modalidades ejemplares, el catalizador se puede exponer a este agente reductor al tiempo que se mantiene una temperatura del catalizador dentro de depósito 14 por debajo de cerca de $350^{\circ}C$. Cuando el catalizador comprende Ni y/o Re, la temperatura del catalizador se puede mantener por debajo de $290^{\circ}C$ durante la exposición. De acuerdo con las modalidades ejemplares, el catalizador puede comprender por lo menos cerca de 5% (p/p) de Ni. El resto del catalizador se puede proporcionar en forma sólida sobre un

material de soporte que se selecciona para que resista la degradación bajo las condiciones deseadas de reacción, por ejemplo. Tales materiales de soporte pueden incluir soportes de óxido de alta superficie. Se pueden preferir carbono, zirconio y titanio (especialmente en forma rutilante) a causa de su estabilidad en condiciones hidrotérmicas (soluciones acuosas por encima de 100°C y presión de una atmósfera). Los soportes también pueden estar hechos de materiales mixtos o en capas. Por ejemplo, en algunas modalidades preferidas, el soporte es carbono con una capa superficial de bióxido de zirconio o zirconio mezclada con catalizadores metálicos. De este material de soporte, de acuerdo con las modalidades ejemplares, 0,7% (p/p) de Re puede ser una parte. De acuerdo con las modalidades ejemplares, el catalizador puede incluir de entre cerca de 0,7% (p/p) a cerca de 2,5% (p/p) de Re.

De acuerdo con las modalidades ejemplares, la preparación del catalizador puede incluir exponer el catalizador 14 a una atmósfera reductora al tiempo que se mantiene el catalizador a una temperatura de entre 265°C y 320°C. El catalizador entonces se puede pasivar por medio de la exposición a la atmósfera, tal exposición tiene lugar, por ejemplo, durante la transferencia de catalizador del aparato de reducción al aparato reactor. El catalizador 14 entonces puede ser despasivado en presencia de un agente reductor al tiempo que se mantiene el catalizador a una temperatura de menos de 320°C. De acuerdo con las modalidades ejemplares, cuando el catalizador comprende uno o ambos de Ni y Re, durante la exposición del catalizador a una atmósfera reductora, el catalizador se puede mantener a una temperatura de de cerca de 290°C a cerca de 320°C. La despasivación del catalizador puede incluir elevar la temperatura del catalizador de una primera temperatura hasta una temperatura de menos de 320°C. Esta elevación puede tener lugar a una tasa menor de cerca de 2°C por minuto y/o a una tasa de menos de cerca de 1,5°C por minuto. La atmósfera o el agente reductor durante esta elevación pueden incluir uno o ambos de H₂ y/o N₂. De acuerdo con las modalidades ejemplares, el agente reductor puede ser por lo menos cerca de 5% (v/v) H₂.

De acuerdo con otras modalidades, el catalizador puede comprender uno o ambos de Co, Pd, y/o Re. en este sistema catalizador, la despasivación puede incluir elevar la temperatura del catalizador de una primera temperatura a una temperatura de menos de 210°C. Esta elevación de este catalizador puede incluir aumentar la temperatura a una tasa de menos de 1,5°C por minuto a una temperatura menor de 210°C.

De acuerdo con las modalidades ejemplares, la exposición del catalizador a un agente reductor puede incluir elevar la temperatura de una primera temperatura, como temperatura ambiente, hasta por lo menos cerca de 210°C a una tasa de menos de cerca de 1,5°C por minuto. De acuerdo con otras modalidades, la exposición puede incluir elevar la temperatura del catalizador de una primera temperatura hasta una temperatura de por lo menos cerca de 290°C a una tasa de menos de cerca de 1,5°C por minuto.

El catalizador se puede mantener temperaturas de cerca de 265°C a cerca de 290°C durante varias horas seguidas.

10

De acuerdo con otras modalidades ejemplares, un catalizador puede comprender uno o más de Co, Pd y Re. Dentro del depósito 12, este catalizador se puede mantener entre cerca de 260°C y cerca de 350°C al tiempo que se expone el catalizador al agente reductor. De acuerdo con otras modalidades, la temperatura del catalizador se puede mantener entre cerca de 290°C y cerca de 350°C. En estos sistemas, por ejemplo, el agente reductor puede incluir H₂ en un medio relativamente inerte como nitrógeno y el agente reductor puede comprender por lo menos cerca de 4% (v/v) de H₂.

El catalizador 14 puede ser un catalizador previamente activado que más adelante ha sido pasivado y este catalizador pasivado se puede introducir dentro del depósito 12 actuando como un reactor, por ejemplo. De acuerdo con las modalidades ejemplares, el catalizador pasivado se puede exponer a un agente reductor al tiempo que se mantiene el catalizador a una temperatura de menos de cerca de 290°C.

Durante la exposición de corriente del reactante 16 al catalizador 14, el reactor 12 se puede mantener a una temperatura de por lo menos 190°C y/o una presión de por lo menos cerca de 1200 psi.

De conformidad con un ejemplo, la hidrogenólisis del glicerol se puede llevar a cabo usando el sistema aquí descrito. Los catalizadores promovidos de composición de Ru se pueden preparar sobre carbono y promoverlos con promotores que incluyen uno o más de Zn, Au, Cd, Se, Te, Cu y Sn. Los catalizadores se pueden preparar como 5% (p/p) de Ru con 0,1, 0,5 y 1% (p/p) de promotor. El soporte para el catalizador puede ser extrudato de carbono Norit ROX 0,8. También se pueden utilizar catalizadores a base de Ni-Re y Ni-Fe. La alimentación del reactor puede ser de 10% (p/p) de glicerol en agua. La base puede excluirse de la alimentación del reactor. Las reacciones se pueden llevar a cabo en condiciones del lote a 200°C, bajo 1200 psi de hidrógeno con una tasa de agitación de 850 rpm durante 4 h. Las composiciones de catalizadores como 5%Ru-1%Cd sobre C pueden dar 63% (64%) de conversión, con una selectividad de propilenglicol de 72% (64%) y balance molar de 86% (82%) (los datos entre paréntesis representan los datos de las corridas duplicadas del catalizador). Un sistema catalizador como 5%Ru-1%Zn sobre C puede dar una conversión de 66% con una selectividad de 34% y un balance de masa de 61%. La siguiente Tabla 1 proporciona ejemplos de datos que se pueden adquirir utilizando los sistemas y procesos de la presente revelación.

Tabla 1: Hidrogenólisis neutra

Condiciones del sistema	A	B	C
F76 5% Ru + 1% Cd, 58959-85-1			
Horas en la corriente		216:28	404:38
Temperatura del lecho cat. (°C)	190	190	210
Presión del sistema	1200	1200	1200
Tasa de alimentación líq. (mL/h)	50	25	25
Concentración alim. glicerol (p%)	44,95	44,95	44,95
Fuente de glicerol	ADM	ADM	ADM
Concentración alim. NaOH (p%)	0,00	0,00	0,00
Cociente molar alim. H ₂ /Glicerol	5	5	5

Velocidad de flujo H ₂ (sccm)	252	252	454
Recuperación p%		92,12	97,76
Recuperación carbono %		98,67	100,55
Conversión glicerol (× diferencia)		0,13	0,31
LHSV (cc alim./cc cat./h)		0,83	0,83
WHSV (g glic./g cat./h)		0,85	0,85
Producido espacio tiempo (g PG/cc cat./h)		0,04	0,11
Selectividades			
Selectividad molar PG C		0,990	0,991
Selectividad molar lactato C		0,000	0,000
Selectividad molar EG C		0,010	0,009
Selectividad molar metanol C		0,000	0,000
Selectividad molar etanol C		0,000	0,000
Selectividad molar propanol C(1-2)		0,0000	0,0000
Resumen			
Registro corrida #		F76-6	F76-11
Horas en la corriente		216:28	404:38
Conversión glicerol (× diferencia)		0,133	0,311
Selectividad molar PG C		0,990	0,991
Selectividad molar lactato C		0,000	0,000
Selectividad molar EG C		0,010	0,009
Selectividad molar metanol C		0,000	0,000
Selectividad molar etanol C		0,000	0,000
Selectividad molar propanol C(1-2)		0,0000	0,0000
pH de la solución del producto		216:28	404:38

Dentro del sistema descrito en la Fig. 1, la corriente de reactante 16 puede confinar una mezcla reactante. Esta mezcla puede incluir el compuesto de alcohol polihídrico y una base. La base que está en la mezcla puede incluir menos de 2,1% (p/p) de la mezcla. De acuerdo con configuraciones ejemplares, esta mezcla reactante puede comprender menos de cerca de 40% (p/p) del compuesto de alcohol polihídrico. Llevado a la práctica utilizando estas concentraciones de base dentro de la mezcla reactante, el catalizador puede comprender uno o más de Re, Co, Pd, y/o Ni. De acuerdo con las modalidades ejemplares, el catalizador puede comprender uno o más de Re, Pd y Co. Con estas modalidades prácticas, el catalizador puede comprender por lo menos cerca de 2,5% (p/p) de Co. El catalizador también puede comprender por lo menos cerca de 0,5% (p/p) de Pd. El catalizador también puede comprender por lo menos cerca de 2,5% (p/p) de Re.

En estas condiciones de mezcla reactante, por ejemplo, el reactor se puede configurar para que mantenga la temperatura del catalizador entre cerca de 180°C y 210°C.

De acuerdo con otras modalidades, el catalizador puede comprender Re y Ni. En estos sistemas de catalizador, el catalizador puede comprender por lo menos cerca de 1% (p/p) de Re. El catalizador también puede comprender por lo menos cerca de 5% (p/p) de Ni.

De acuerdo con las modalidades ejemplares, un proceso de hidrogenólisis se puede llevar a cabo utilizando este sistema proporcionando una mezcla reactante que comprende un compuesto de alcohol polihídrico y una base, en donde la base comprende menos de cerca de 2,1% (p/p) de la mezcla reactante. La mezcla reactante se puede exponer a un catalizador para por lo menos hidrogenolizar parcialmente una porción del compuesto de alcohol polihídrico. De acuerdo con las modalidades ejemplares, la base dentro de la

2

mezcla de reacción puede comprender de cerca de 0,5% (p/p) a cerca de 2,1% (p/p) de la mezcla reactante o ser de menos de cerca de 1% (p/p) de la mezcla reactante. De acuerdo con otras modalidades, la base puede comprender de cerca de 0,5% (p/p) a cerca de 1% (p/p) de la mezcla reactante. De acuerdo con otras modalidades, el proceso puede incluir, antes de exponer la mezcla a un catalizador, despasivar el catalizador en presencia de una atmósfera reductora a una temperatura de menos de cerca de 210°C.

Ejemplo 1: Catalizador de Co/Pd/Re

Treinta centímetros cúbicos de catalizador reducido/pasivado se pueden empacar dentro de un reactor de lecho de goteo corriente abajo. El catalizador pueden ser activado elevando la temperatura del reactor 2°C/min a 325°C. Durante la rampa una mezcla de 10% H₂ en N₂ se puede pasar sobre el catalizador a 250 sccm. Una vez que la temperatura ha sido alcanzada, la concentración H₂ en la mezcla de gases se puede aumentar a 100% y la temperatura se puede mantener durante 2 h. La temperatura del reactor se puede bajar a 190°C, la velocidad de flujo del gas se puede aumentar a 450 sccm y elevar la presión a 1200 psig. La alimentación del glicerol se puede iniciar a una tasa de 1,7 LHSV (40 mL/min). La alimentación inicial del glicerol empleada puede ser de 40% (p/p) de glicerol y 2,1%(p/p) de NaOH en agua. La concentración de la base en la alimentación se puede reducir a 1% (p/p). Se pueden correr tres temperaturas (200, 190, 180°C) y tres velocidades espaciales (1,7, 1,2, 0,8 h⁻¹) usando estas condiciones de la mezcla reactante. La concentración de la base se puede bajar a 0,5% (p/p) y repetir las pruebas arriba descritas. Los resultados se muestran en las Tablas 2 y 3 y los datos se representan gráficamente en las Figs. 2-4.

Ejemplo 2: Catalizador de Ni/Re

Treinta centímetros cúbicos de catalizador reducido/pasivado se pueden empacar dentro de un reactor de lecho de goteo corriente abajo. El catalizador puede ser activado elevando la temperatura del reactor 1,5°C/min hasta 210°C. Durante la rampa una mezcla de gases de H₂ al 10% en N₂ se puede pasar sobre el catalizador at 250 sccm. Una vez que se ha alcanzado la temperatura, la concentración de H₂ en la mezcla de gases se puede aumentar a 100% y la temperatura se puede mantener durante 2 h. La temperatura del reactor se puede bajar a 190°C y la velocidad de flujo del gas se puede aumentar a 450 sccm y elevar la presión a 1200 psig. La alimentación del glicerol se puede iniciar a una tasa de 1,7 LHSV (40 mL/min) con la alimentación inicial del glicerol incluida de 40%(p/p) de glicerol y 2,1%(p/p) de NaOH en agua. La concentración de la base en la alimentación se puede reducir a 1%(p/p). Se pueden evaluar tres temperaturas (200, 190, 180°C) y tres velocidades espaciales (1,7, 1,2, 0,8 h⁻¹) usando el mismo sistema de catalizador/mezcla reactante. La concentración de la base se puede bajar a 0,5% (p/p) y repetir las pruebas arriba descritas. Los resultados se muestran en las Tablas 4 y 5 y los datos se representan gráficamente en Figs. 5-6.

Ejemplo 3: 4,9% Ni, 0,7% Re

m

Treinta centímetros cúbicos de catalizador reducido/pasivado (4.9% Ni, 0.7% Re) se pueden empacar dentro de un reactor de lecho de goteo corriente abajo. La temperatura del reactor, la velocidad de flujo del gas, la presión, la alimentación del glicerol, etc., así como los resultados, se muestran en la Tabla 6 y los datos se representan gráficamente en la Fig. 7.

Tabla 2. Datos a 1% de NaOH

Condiciones del sistema									
Horas en la corriente	F59-28	F59-29	F59-30	F59-30B	F59-31	F59-32	F59-33	F59-34	
Horas en la corriente	1050,4	1120,9	1169,6	1174,9	1193,1	1217,4	1267,3	1279,8	
Temperatura del lecho cat. (°C)	<500								
Presión del sistema	190	1200	180	1200	1200	1200	1200	1200	190
Tasa de alimentación liq. (mL/h)	50	50	25	25	35	50	35	25	25
Concentración alim. glicerol (p%)	37,11	39,08	39,08	39,08	39,08	39,08	40,03	40,03	Fisher
Fuente de glicerol	ADM-IE	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	
Concentración alim. NaOH (p%)	2,10	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Cociente molar alim. H ₂ /Glicerol	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Velocidad de flujo H ₂ (scm)	454	454	227	227	318	454	318	227	
Recuperación p%	99,21	98,26	91,58	98,38	98,13	97,56	94,59	99,22	
Recuperación carbono %	98,86	96,78	92,08	98,65	94,43	98,76	94,50	96,92	
Conversión glicerol (× diferencia)	0,948	0,844	0,809	0,793	0,892	0,649	0,752	0,942	
Selectividades									
Selectividad molar PG C	0,913	0,940	0,958	0,957	0,938	0,955	0,958	0,939	
Selectividad molar lactato C	0,026	0,016	0,012	0,013	0,015	0,012	0,012	0,017	
Selectividad molar EG C	0,033	0,031	0,024	0,024	0,030	0,024	0,024	0,030	
Selectividad molar metanol C	0,018	0,009	0,006	0,006	0,011	0,004	0,005	0,010	
Selectividad molar etanol C	0,005	0,002	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000	0,002	
pH de la solución del producto	12,38	12,24	11,81	11,81	11,51	11,79	12,10	11,88	

Las velocidades de alimentación del líquido de 50, 35 y 25 mL/h corresponden a LHSV de 1,7, 1,2 y 0,8 h⁻¹

14

Tabla 3. Datos a 0,5% de NaOH

Condiciones del sistema										
Horas en la corriente	F59-39	F59-40	F59-41	F59-42	F59-43	F59-44	F59-45	F59-46	F59-47	
Horas en la corriente alim. ADM	1529,4	1536,6	1557,1	1625,7	1648,9	1657,7	1699,3	1722,1	1793,71	
Temperatura del lecho cat. (°C)	190	200	200	180	180	190	190	200	180	
Presión del sistema	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	
Tasa de alimentación liq. (mL/h)	50	25	50	25	50	25	35	35	35	
Concentración alim. glicerol (p%)	39,287	39,287	39,287	39,287	39,287	39,287	39,287	39,237	39,237	
Fuente de glicerol	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	
Concentración alim. NaOH (p%)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	
Cociente molar alim. H ₂ /Glicerol	5	5	5	5	5	5	5	5	5	
Velocidad de flujo H ₂ (sccm)	454	227	454	227	454	227	318	318	318	
Analítico										
Recuperación p%	98,3	98,7	98,7	98,5	98,4	98,9	98,4	98,8	97,4	
Recuperación carbono %	97,0	95,1	92,8	98,4	98,4	96,6	96,4	96,3	97,0	
Conversión glicerol (× diferencia)	0,69	0,94	0,83	0,66	0,46	0,86	0,79	0,89	0,56	
Selectividades										
Selectividad molar PG C	0,951	0,933	0,917	0,945	0,965	0,949	0,969	0,929	0,963	
Selectividad molar lactato C	0,013	0,018	0,019	0,011	0,010	0,014	0,013	0,018	0,011	
Selectividad molar EG C	0,028	0,033	0,034	0,021	0,020	0,027	0,003	0,034	0,021	
Selectividad molar metanol C	0,005	0,008	0,012	0,006	0,000	0,008	0,008	0,012	0,003	
Selectividad molar etanol C	0,000	0,000	0,002	0,000	0,004	0,000	0,000	0,001	0,000	
Resumen										
LHSV (cc alim./cc cat./h)	1,667	0,833	1,667	0,833	1,667	0,833	1,667	1,667	1,667	
WHSV (g glic./g cat./h)	1,609	1,805	1,609	1,805	1,609	1,805	1,127	1,125	1,125	
Prod. esp. tiempo (g PG/cc cat./h)	0,834	0,554	0,940	0,402	0,569	0,523	0,677	0,741	0,478	
pH de la solución del producto	11,31	11,94	11,25	11,97	0,00	11,62	12,03	11,85	12,37	

18

Tabla 4. Ni/Re 1% Base

Condiciones del sistema											
	F65-6	F65-7	F65-8	F65-9	F65-10	F65-11	F65-12				
Horas en la corriente	240,9	311,8	360,3	383,7	407,7	458,0	470,5				
Temperatura del lecho cat. (°C)	190	190	180	190	180	180	190				
Presión del sistema	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200				
Tasa de alimentación liq. (mL/h)	50	50	25	35	50	35	25				
Concentración alim. glicerol (p%)	40,20	39,27	39,27	39,27	39,27	38,51	38,51				
Fuente de glicerol	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher				
Concentración alim. NaOH (p%)	2,10	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00				
Cociente molar alim. H ₂ /Glicerol	5	5	5	5	5	5	5				
Velocidad de flujo H ₂ (sccm)	454	454	227	318	454	318	227				
Recuperación p%	97,218	96,783	94,221	96,749	98,735	96,574	98,249				
Recuperación carbono %	94,184	99,266	97,035	97,289	95,273	100,423	99,639				
Conversion glicerol (× diferencia)	0,944	0,733	0,735	0,851	0,578	0,615	0,887				
Selectividades											
Selectividad molar PG C	0,904	0,933	0,962	0,929	0,965	0,963	0,943				
Selectividad molar lactato C	0,026	0,016	0,010	0,015	0,010	0,010	0,014				
Selectividad molar EG C	0,034	0,031	0,023	0,032	0,024	0,023	0,030				
Selectividad molar metanol C	0,014	0,015	0,004	0,016	0,000	0,003	0,011				
Selectividad molar etanol C	0,008	0,003	0,000	0,003	0,000	0,000	0,001				
pH de la solución del producto	12,29	12,37		11,34	11,67	12,22	12,17				

16

Tabla5. Datos Ni Re a una carga de 0,5% NaOH

Condiciones del sistema											
	F68-3	F68-4	F68-5	F68-6	F68-7	F68-8	F68-9	F68-10	F68-11	F68-12	
Horas en la corriente	136,9	184,8	256,6	264,4	284,1	305,0	312,0	335,5	474,2	498,2	
Temperatura del lecho cat. (°C)	190	190	200	190	200	180	180	200	180	190	
Presión del sistema	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	
Tasa de alimentación liq. (mL/h)	50	50	25	25	50	50	35	35	25	35	
Concentración alim. glicerol p%	38,01	39,24	39,24	39,24	39,24	39,24	39,24	39,24	39,24	39,24	
Fuente de glicerol	Fisher	Fisher		Fisher		Fisher		Fisher		Fisher	
Concentración alim. NaOH (p%)	2,10	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	
Cociente molar alim. H ₂ /Glicerol	5	5	5	5	5	5	10	5	5	5	
Velocidad de flujo H ₂ (sccm)	454	454	252	252	454	454	318	318	225	318	
Recuperación p%	99,264	96,221	95,522	97,196	96,363	96,754	97,329	98,121	95,066	95,797	
Recuperación carbono %	98,461	94,191	95,698	95,658	115,012	96,666	94,731	95,715	96,889	98,994	
Conversión glicerol (x diferencia)	0,90	0,66	0,91	0,81	0,77	0,45	0,54	0,85	0,63	0,73	
Selectividades											
Selectividad molar PG C	0,905	0,939	0,924	0,945	0,926	0,962	0,960	0,924	0,960	0,47	
Selectividad molar lactato	0,030	0,017	0,017	0,014	0,015	0,013	0,013	0,018	0,012	0,014	
Selectividad molar EG C	0,033	0,027	0,034	0,028	0,034	0,021	0,022	0,034	0,022	0,028	
Selectividad molar metanol C	0,009	0,008	0,014	0,010	0,013	0,003	0,003	0,017	0,005	0,009	
Selectividad molar etanol C	0,008	0,001	0,003	0,001	0,002	0,000	0,000	0,002	0,000	0,000	
Selectividad molar formato C	0,0050	0,0068	0,0052	0,0023	0,0046	0,0018	0,0020	0,0040	0,0040	0,0040	
Resumen											
LHSV (cc alim./cc cat./h)	1,667	1,667	0,833	0,833	1,667	1,667	1,667	1,667	0,833	1,667	
WHSV (g glic./g cat./h)	1,660	1,714	0,857	0,857	1,714	1,714	1,200	1,200	0,857	1,200	
STY (g PG/cc cat./h)	0,341	0,340	0,241	0,220	0,516	0,243	0,200	0,317	0,175	0,288	

Nota del Traductor: La fila 11 de esta tabla está ilegible.

17

Tabla 6. F64: 4,9% Ni, 0,7% Re; 190°C, 1200 psig Hp, 40 p% qlv, 2,1% NaOH

Condiciones del sistema														F64-13		
	F64-1g	F64-1	F64-2g	F64-3	F64-4	F64-5	F64-6	F64-7	F64-8	F64-9	F64-10	F64-11	F64-12	F64-13	F64-12	F64-13
Horas en la corriente	16,5	70,7	114,0	143,6	233,5	283,4	305,6	332,0	402,0	448,8	496,7	577,7	625,1	667,1	625,1	667,1
Temperatura del lecho cat. (°C)	190	190	190	190	190	190	190	190	190	190	190	190	190	190	190	190
Presión del sistema	1200	1200	1240	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200
Tasa de alimentación liq. (mL/h)	50	50	50	50	50	50	50	35	35	35	35	35	35	35	35	35
Concentración alim. glicerol (p%)	39,90	39,90	39,96	39,96	37,31	37,31	37,31	36,74	36,74	36,74	36,74	35,10	35,10	35,10	35,10	35,10
Fuente de glicerol	Fisher	Fisher	Fisher	Fisher	ADM3	ADM3	ADM3	ADM3	ADM3	ADM3	ADM3	ADM3	ADM3	ADM3	ADM3	ADM3
Concentración alim. NaOH (p%)	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10	2,10
Coctente molar alim. H ₂ /Glicerol	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Velocidad de flujo H ₂ (sccm)	450	450	450	450	450	450	450	315	315	315	315	315	315	315	315	315
Analítico																
Recuperación p%	97,07	97,19	91,46	98,90	95,39	95,99	97,12	95,38	93,86	95,72	94,65	94,80	93,67	94,15	93,67	94,15
Recuperación carbono %	88,59	95,75	87,46	95,15	99,10	96,24	97,55	96,24	94,31	95,19	93,49	94,55	92,90	93,30	92,90	93,30
Conversión glicerol (× diferencia)	0,89	0,86	0,86	0,85	0,81	0,81	0,81	0,88	0,88	0,88	0,88	0,88	0,87	0,88	0,87	0,88
Selectividades																
Selectividad molar PG C	0,92	0,93	0,93	0,93	0,92	0,93	0,93	0,93	0,93	0,93	0,93	0,93	0,94	0,93	0,94	0,93
Selectividad molar lactato C	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Selectividad molar EG C	0,04	0,03	0,03	0,04	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
Selectividad molar etanol C	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Selectividad molar metanol C	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
pH de la solución del producto	12,54	11,88	12,72	12,18	11,92	12,54	12,93	13,15	13,06	13,22	12,78	13,29	11,85	11,99	11,85	11,99

18

10

Haciendo referencia ahora a la Fig. 2, como otro ejemplo de un sistema, el sistema 20 se presenta con el reactor 22 y el depósito de reactante 24 acoplado al depósito de producto 16. El sistema 20 es un ejemplo reactor de lecho de goteo para usar en conexión con los procesos químicos. El sistema 20, por ejemplo, puede tener una mezcla reactante dentro del depósito de reactante 24, la cual mezcla reactante puede incluir un compuesto de alcohol polihídrico y una base. Durante la utilización del sistema, una mezcla de producto puede estar dentro del depósito de producto 16, el cual depósito de producto puede incluir un compuesto de alcohol polihídrico hidrogenolizado y sales de ácidos orgánicos, por ejemplo. El sistema 20 se puede configurar de modo que la selectividad molar del carbono por los ácidos orgánicos y las sales de ácidos orgánicos sea menor de 2% y la selectividad molar del carbono por los compuestos de alcohol polihídrico hidrogenolizado sea de por lo menos 30%.

A manera de ejemplo, el compuesto de alcohol polihídrico puede ser glicerol y por lo menos una de las sales de ácidos orgánicos incluya lactato y la base comprende Na y/o K, como NaOH o KOH. El cociente molar de lactato a base puede ser aproximadamente de 1 y/o el cociente de peso de la base al compuesto de alcohol polihídrico dentro de la mezcla reactante es menor de 0,05.

De acuerdo con las modalidades ejemplares los métodos dan lugar a la operación de un reactor para la hidrogenólisis de compuestos de alcohol multihídrico a un pH ligeramente básico, neutro o ácido con el fin de desestimular la formación de sales de ácidos orgánicos que se suelen formar en condiciones básicas. Las modalidades ejemplares pueden alcanzar alta selectividad por los compuestos deseados como, por ejemplo, en la conversión de glicerol a propilenglicol, al prácticamente eliminar la formación de sales como lactatos, formatos, gliceratos y glucolatos que son subproductos conocidos.

De conformidad con las modalidades ejemplares, la presente revelación proporciona métodos para llevar a cabo múltiples etapas de la reacción del estado de la técnica dentro de una única reacción mediante la aplicación de un catalizador que es activo en condiciones seleccionadas para múltiples reacciones.

Esto encuentra aplicación más amplia en que la corriente de producto resultante de tal aplicación a la hidrogenólisis de alcoholes multihídricos contendría cantidades



prácticamente insignificantes de los ácidos orgánicos o sales de ácidos orgánicos que han sido comunicados en la bibliografía. Esta aplicación se podría ampliar no sólo al glicerol como materia prima, sino que se esperaría que eliminase la formación de los subproductos de sales de ácidos de la conversión de otros compuestos como sorbitol, xilitol y arabitol a polioles de valor más alto. Esta aplicación también se podría expandir hasta incluir a otros catalizadores que se encuentra que son activos y estables en condiciones neutras y ácidas durante el curso de esta reacción.

A manera de ejemplo y haciendo referencia a la Tabla 7 a continuación, en condiciones de nivel bajo a inexistente de base la hidrogenólisis se puede realizar de forma eficiente de modo que los subproductos de las sales de ácidos orgánicos pueden eliminarse en grado sustancial por debajo del límite de detección analítica después de que el sistema utiliza materia prima neutra que se ha corrido previamente en una alimentación que contiene hidróxido de sodio como base. Conversión 31% con selectividad a lactato pequeña a indetectable, comparada con la selectividad molar de 1% a 4% de carbono a lactato informada en las muestras de producto de reacción generado por la alimentación que tiene cantidades sustanciales de base.

Las corrientes de producto de hidrogenólisis pueden tener niveles bajos a indetectables de ácido orgánico o subproductos de sales de ácidos orgánicos a causa de ajustes del pH de menos de lo normalmente informado en todo el espectro hasta neutro y ácido.

Tabla 7: Bajo ácido

Condiciones del sistema												F76-1	F76-2	F76-3	F76-4	F76-G5	F76-6	F76-7	F76-80	F76-91	F76-10	76
116 5% Ru + 1% Cd, 58959-85-1																No grab. Glorificado						
																Ver carpeta HPLC						
Horas en la corriente												43:58	68:49	92:57	123:05		216:28	260:34	284:12	308:11	380:35	404:38
Temperatura del lecho cat. (°C)												190	190	190	190	190	190	190	190	190	185	210
Presión del sistema												1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200	1200
Tasa de alimentación liq. (mL/h)												50	50	50	25	50	25	50	35	50	50	25
Concentración alim. glicerol p%												35,71	35,71	43,58	43,58	44,95	44,95	35,52	35,52	35,71	35,69	44,95
Fuente de glicerol												ADM	ADM	ADM	ADM	ADM	ADM	ADM	ADM	ADM	ADM	ADM
Concentración alim. NaOH (p%)												2,10	2,10	0,50	0,50	0,00	0,00	1,00	1,00	2,10	2,10	0,00
Cociente molar alim. H ₂ /Glicerol												5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Velocidad de flujo H ₂ (scm)												450	450	450	252	252	252	454	252	454	454	454
Recuperación p%												97,44	97,94	97,05	98,98		92,12	96,81	96,49	98,62	98,38	97,76
Recuperación carbono %												96,46	94,60	99,02	99,58		98,67	95,64	96,18	96,51	96,10	100,55
Conversión glicerol (×diferencia)												0,97	0,98	0,61	0,73		0,13	0,86	0,91	0,94	0,96	0,31
LHSV (cc alim./cc cat./h)												1,67	1,67	1,67	0,83		0,83	1,67	1,17	1,67	1,67	0,83
WHSV (g glíc./g cat./h)												1,35	1,35	1,65	0,83		0,85	1,35	0,94	1,35	1,35	0,85
STY (g PG/cc cat./h)												0,47	0,47	0,39	0,23		0,04	0,42	0,31	0,46	0,47	0,11
Selectividades																						
Selectividad molar PG C												0,907	0,920	0,964	0,963		0,990	0,947	0,941	0,915	0,928	0,991
Selectividad molar lactato C												0,029	0,031	0,007	0,008		0,000	0,020	0,021	0,040	0,036	0,000
Selectividad molar EG C												0,021	0,020	0,016	0,015		0,010	0,017	0,016	0,016	0,015	0,009
Selectividad molar formato C												0,012	0,011	0,006	0,005		0,000	0,006	0,006	0,008	0,007	0,000
Selectividad molar glicerato C												0,004	0,003	0,003	0,004		0,000	0,006	0,006	0,006	0,007	0,000
Selectividad molar metanol C												0,006	0,000	0,000	0,000		0,000	0,000	0,004	0,000	0,000	0,000
Selectividad molar etanol C												0,013	0,012	0,003	0,004		0,000	0,004	0,005	0,008	0,004	0,000
Selectividad molar propanol C(1-2)												0,003	0,002	0,001	0,001		0,000	0,001	0,001	0,003	0,001	0,000

21

A
26

REIVINDICACIONES:

La invención reivindicada es

1. Un sistema de hidrogenólisis que comprende:
un depósito de reactante configurado para que contenga un compuesto de alcohol polihídrico; y
un reactor acoplado al depósito de reactante, el cual reactor aloja un catalizador de hidrogenólisis que comprende Ru y está configurado para exponer el compuesto de alcohol polihídrico al catalizador, en donde el contenido del reactor se mantiene a un pH neutro o ácido durante la exposición.
2. El sistema de la reivindicación 1 en donde el compuesto de alcohol polihídrico es un compuesto C-3.
3. El sistema de la reivindicación 1 en donde el compuesto de alcohol polihídrico es glicerol.
4. El sistema de la reivindicación 1, que además comprende un depósito de producto acoplado al reactor, en donde el depósito de producto está configurada para albergar un producto que tiene un pH neutro o ácido.
5. El sistema de la reivindicación 1 en donde el catalizador comprende uno o más de Zn, Cd, Se, Te, Cu, Re y Sn.
6. El sistema de la reivindicación 1 en donde el catalizador comprende carbono.
7. Un reactor de hidrogenólisis que contienen una mezcla que comprende un compuesto de alcohol polihídrico y una composición de Ru en donde un pH de la mezcla es neutro o ácido.
8. El reactor de la reivindicación 7 en donde la mezcla además comprende agua.
9. El reactor de la reivindicación 7 en donde la mezcla comprende una fase líquida y una fase sólida, la cual fase líquida está compuesta esencialmente por el compuesto de alcohol polihídrico y agua y la fase sólida comprende la composición de Ru.
10. El reactor de la reivindicación 9 en donde el agua es por lo menos cerca de 10% de la fase líquida.
11. El reactor de la reivindicación 9 en donde el compuesto de alcohol polihídrico es glicerol.



12. El reactor de la reivindicación 9 en donde la fase sólida comprende uno o más de Zn, Cd, Se, Te, Cu, Re y Sn.
13. El reactor de la reivindicación 9 en donde la composición de Ru comprende uno o más de Zn, Au, Cd, Se, Te, Cu y Sn.
14. El reactor de la reivindicación 9 en donde la composición de Ru comprende carbono.
15. El reactor de la reivindicación 14 en donde la composición de Ru comprende por lo menos 5% (p/p) de Ru.
16. El reactor de la reivindicación 14 en donde la composición de Ru comprende de cerca de 0,1% a cerca de 5,0% (p/p) del promotor.
17. El reactor de la reivindicación 16 en donde el promotor comprende uno o más de Zn, Au, Cd, Se, Te, Cu y Sn.
18. Un proceso de hidrogenólisis que comprende exponer un compuesto de alcohol polihídrico a un catalizador que comprende Ru para formar una mezcla, la cual mezcla tiene un pH neutro o ácido.
19. El proceso de la reivindicación 18 que además comprende recuperar un poliol de la mezcla.
20. El proceso de la reivindicación 19 en donde el compuesto de alcohol polihídrico comprende n grupos hidroxilo y el poliol comprende n-1 grupos hidroxilo.
21. El proceso de la reivindicación 20 en donde el compuesto de alcohol polihídrico comprende glicerol y el poliol comprende propilenglicol.
22. El proceso de la reivindicación 18 en donde la mezcla además comprende un agente reductor.
23. El proceso de la reivindicación 22 en donde el agente reductor comprende H₂.
24. Un proceso para hacer la hidrogenólisis un compuesto de alcohol polihídrico que comprende:
dentro de un reactor, exponer una mezcla reactante a un catalizador que comprende Ru;
y
al tiempo que se expone la mezcla al catalizador, mantener el contenido del reactor a un pH neutro o ácido.

25. El proceso de la reivindicación 24 que además comprende después de exponer la mezcla al catalizador extraer una mezcla de producto del reactor, la cual mezcla del producto tiene un pH neutro o ácido.
26. El proceso de la reivindicación 24 en donde, durante la exposición, el reactor se mantiene a una temperatura de por lo menos 170°C.
27. El proceso de la reivindicación 26 en donde durante la exposición, el reactor se mantiene a una presión de por lo menos cerca de 600 psi.
28. El proceso de la reivindicación 26 en donde la mezcla reactante comprende tanto un compuesto de alcohol polihídrico como un agente reductor.
29. El proceso de la reivindicación 28 en donde un cociente molar del agente reductor al compuesto de alcohol polihídrico es por lo menos cerca de 1:1.
30. El proceso de la reivindicación 28 en donde la mezcla reactante comprende por lo menos cerca de 35% (p/p) de compuesto de alcohol polihídrico.
31. Un sistema de hidrogenólisis que comprende un depósito de reactante acoplado a un reactor, el cual depósito está configurado para confinar una mezcla reactante, la cual mezcla reactante comprende un compuesto de alcohol polihídrico y una base, en donde un cociente de peso de la base al compuesto es menor de 0,05.
32. El sistema de la reivindicación 31 en donde la mezcla reactante comprende menos de cerca de 40% del compuesto de alcohol polihídrico.
33. El sistema de la reivindicación 31 en donde el reactor confina a un catalizador y el reactor está configurada para exponer la mezcla reactante al catalizador.
34. El sistema de la reivindicación 33 en donde el catalizador comprende uno o más de Re, Co, Pd y Ni.
35. El sistema de la reivindicación 34 en donde el catalizador comprende Re, Pd y Co.
36. El sistema de la reivindicación 35 en donde el catalizador comprende por lo menos cerca de 2,5% de Co.
37. El sistema de la reivindicación 35 en donde el catalizador comprende por lo menos cerca de 0,5% de Pd.
38. El sistema de la reivindicación 35 en donde el catalizador comprende por lo menos cerca de 2,5% de Re.

39. El sistema de la reivindicación 31 en donde el reactor está configurado para mantener al catalizador entre una temperatura de entre cerca de 170°C y 240°C.
40. El sistema de la reivindicación 39 en donde el catalizador comprende Re y Ni.
41. El sistema de la reivindicación 40 en donde el catalizador comprende por lo menos cerca de 1% de Re.
42. El sistema de la reivindicación 40 en donde el catalizador comprende por lo menos cerca de 5% Ni.
43. Un proceso de hidrogenólisis que comprende:
proporcionar una mezcla reactante que comprende un compuesto de alcohol polihídrico y una base, en donde un cociente de peso de la base al compuesto es de entre 0,01 y 0,05; y
exponer la mezcla a un catalizador para por lo menos hidrogenolizar parcialmente una porción del compuesto de alcohol polihídrico.
44. El proceso de la reivindicación 43 en donde la base comprende de cerca de 0,5% a cerca de 2,1% de mezcla.
45. El proceso de la reivindicación 43 en donde la base comprende menor de cerca de 1,0% de la mezcla.
46. El proceso de la reivindicación 43 en donde la base comprende de cerca de 0,5% a cerca de 1,0% de la mezcla.
47. El proceso de la reivindicación 43 que además comprende, antes de exponer la mezcla al catalizador, despasivar el catalizador en presencia de una atmósfera reductora a una temperatura menor de cerca de 210°C.
48. Un sistema de hidrogenólisis que comprende:
un reactor acoplado tanto a un depósito de reactante como a un depósito de producto;
una mezcla reactante dentro del depósito de reactante, la cual mezcla reactante comprende un compuesto de alcohol polihídrico y una base;
una mezcla de producto dentro del depósito de producto, el cual depósito de producto comprende un compuesto de alcohol polihídrico hidrogenolizado y sales de ácidos orgánicos; y

26

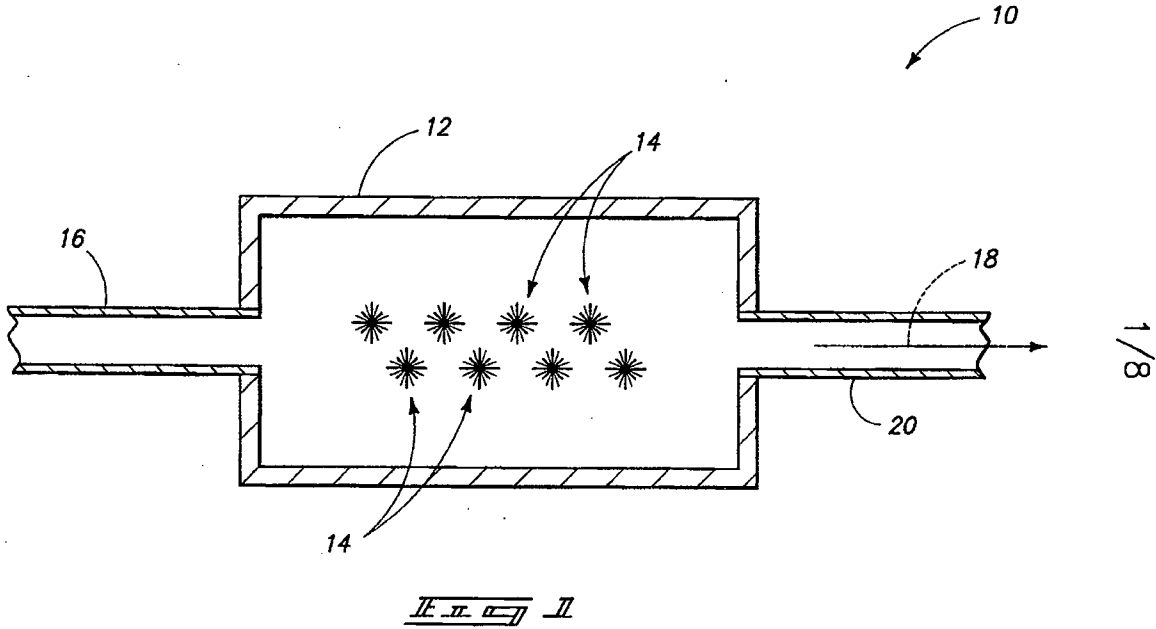
en donde la selectividad molar del carbono por los ácidos orgánicos y sales de ácidos orgánicos es menor de 2% y la selectividad molar del carbono por un compuesto de alcohol polihídrico hidrogenolizado es por lo menos 30%.

49. El sistema de la reivindicación 48 en donde el compuesto de alcohol polihídrico comprende glicerol.
50. El sistema de la reivindicación 49 en donde por lo menos una de las sales de ácidos orgánicos comprende lactato y la base comprende Na y/o K.
51. El sistema de la reivindicación 48 en donde un cociente de peso de la base al compuesto de alcohol polihídrico dentro de la mezcla reactante es menor de 0,05.

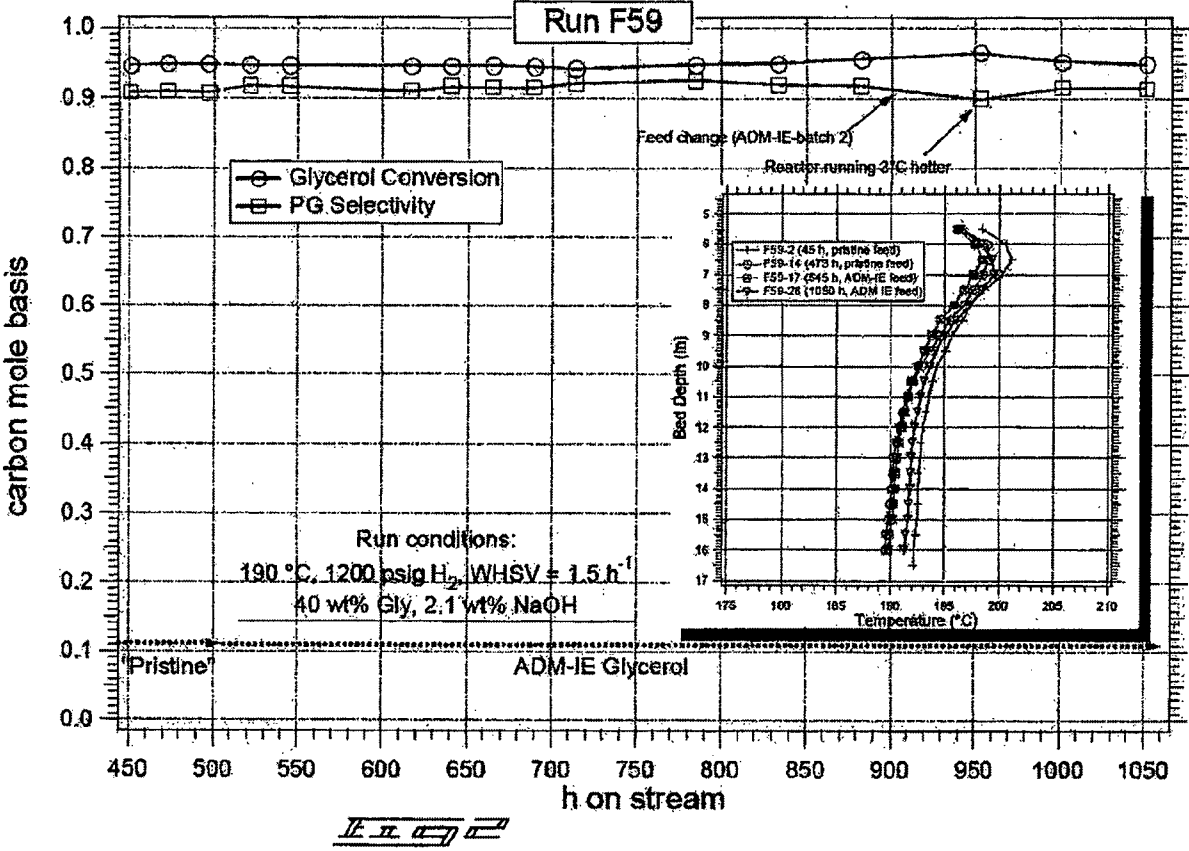
28

RESUMEN

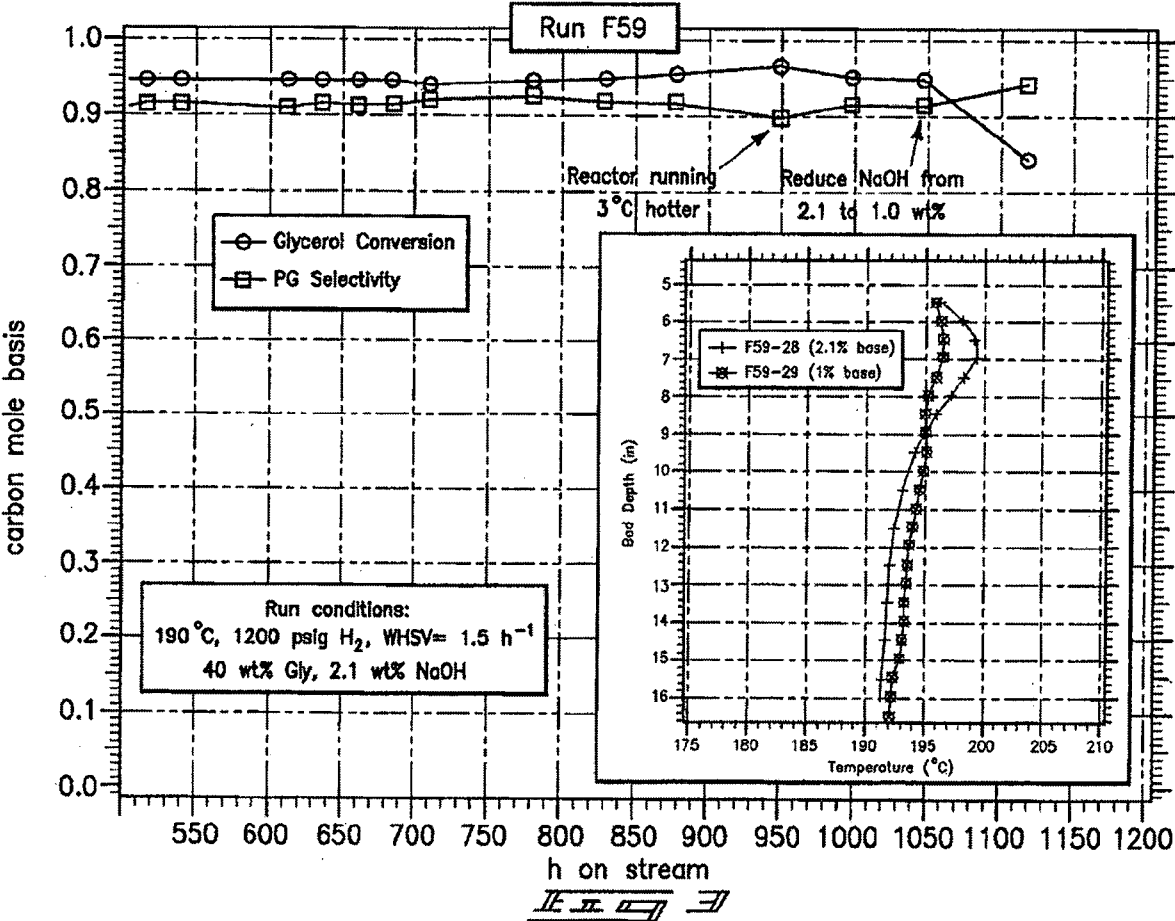
Se proporcionan sistemas de hidrogenólisis que pueden incluir un reactor que aloja un catalizador de hidrogenólisis que comprende Ru y en donde el contenido del reactor se mantiene a un pH neutro o ácido. Los depósitos de reactante dentro del sistema pueden incluir un compuesto de alcohol polihídrico y una base, en donde un cociente de peso de la base al compuesto es menor de 0,05. Los sistemas también incluyen el depósito de producto que comprende un compuesto de alcohol polihídrico hidrogenolizado y sales de ácidos orgánicos y en donde los moles de base son sustancialmente equivalentes a los moles de sales o ácidos orgánicos. Se proporcionan procesos que pueden incluir un catalizador que comprende Ru dentro de una mezcla que tiene un pH neutro o ácido. Un cociente de peso de la base al compuesto puede ser entre 0,01 y 0,05 durante la exposición.



29



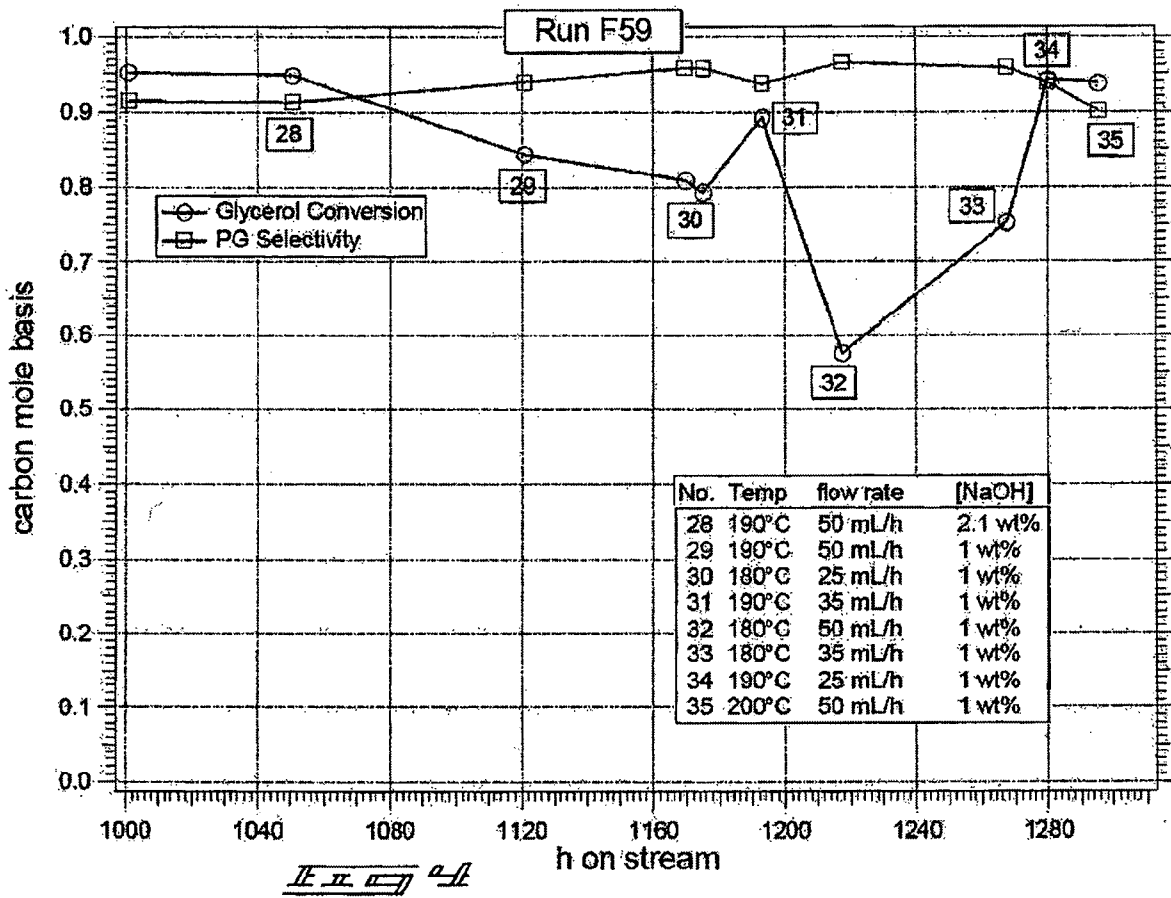
2/8



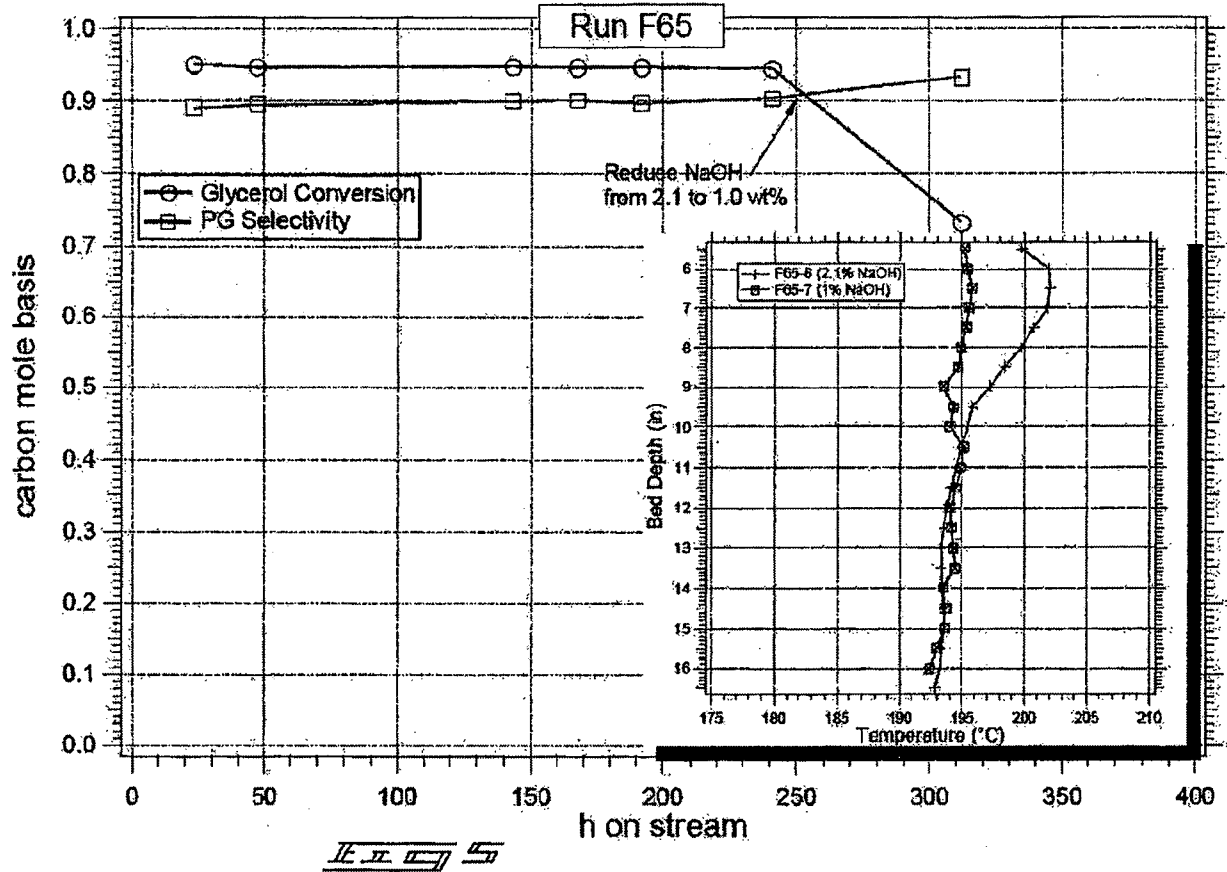
3/8

31

4/8



32

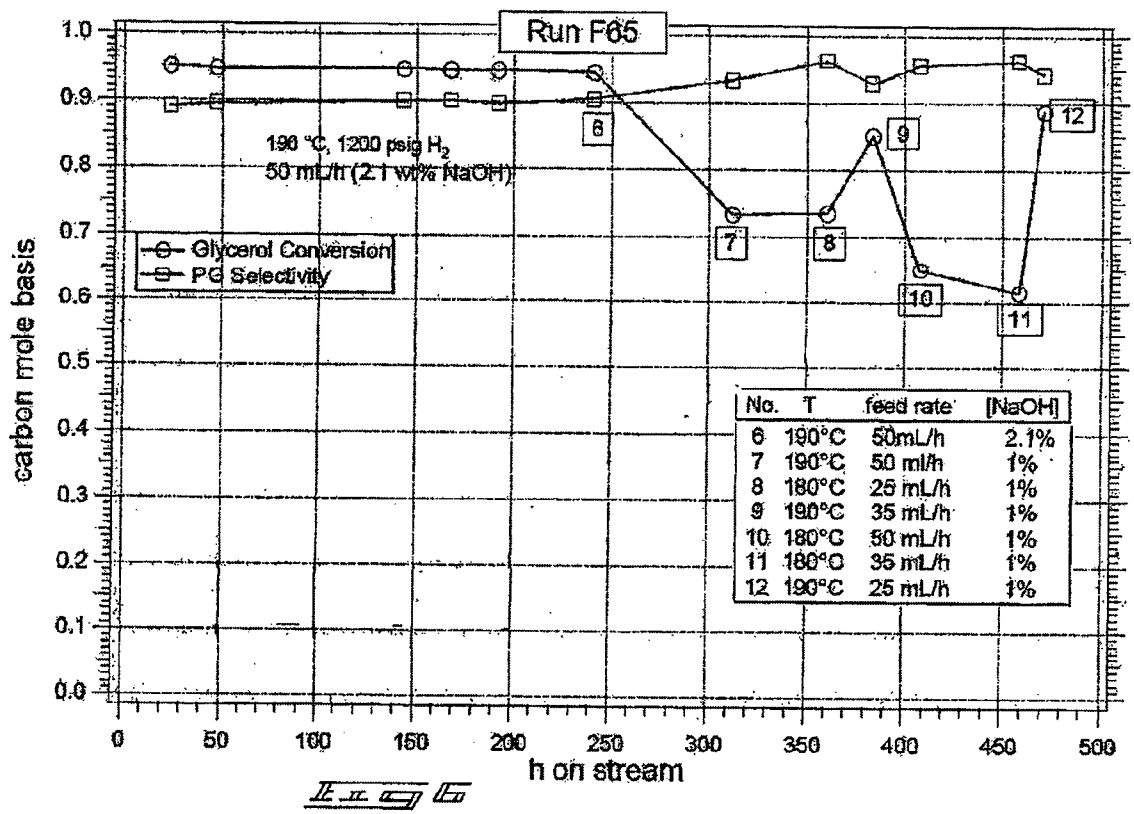


5/8

Handwritten mark resembling a stylized '4' or '9'.

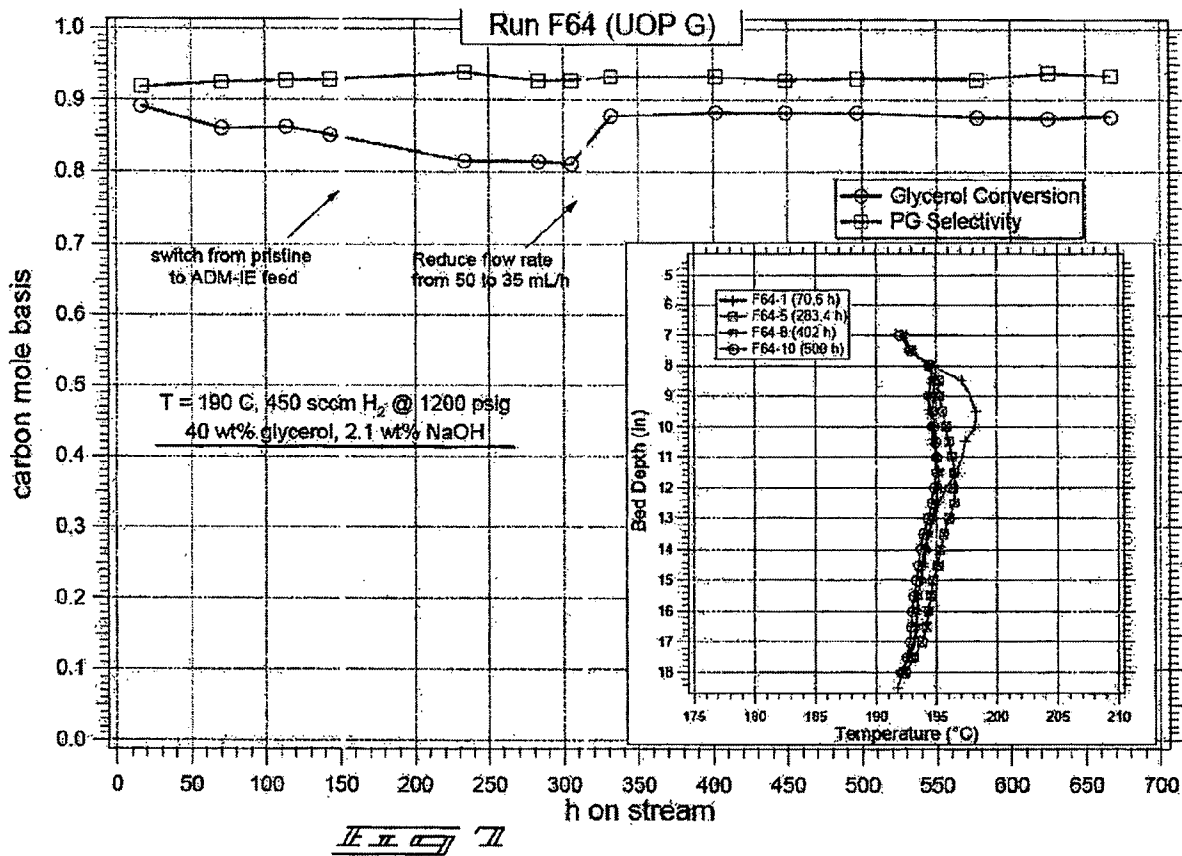
SUBSTITUTE SHEET (RULE 26)

Replacement Sheet



6/8

74



8/8

6
M

8/8

10

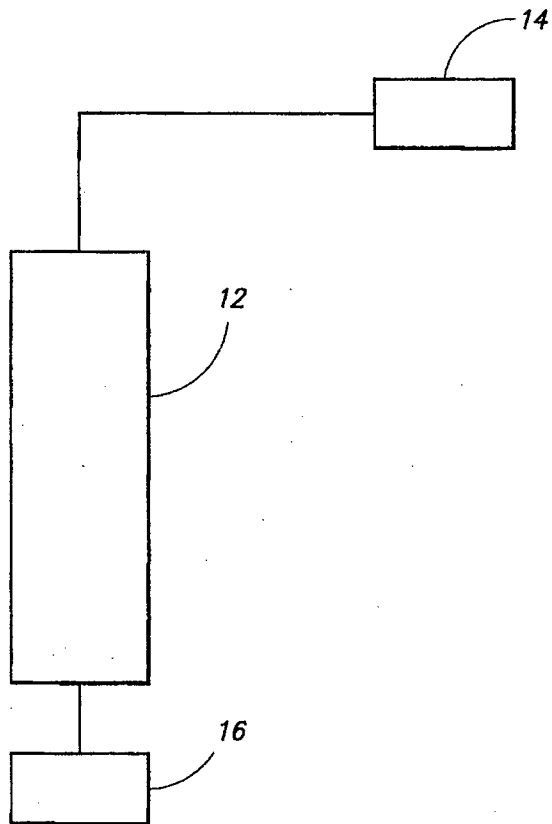


FIG. 8

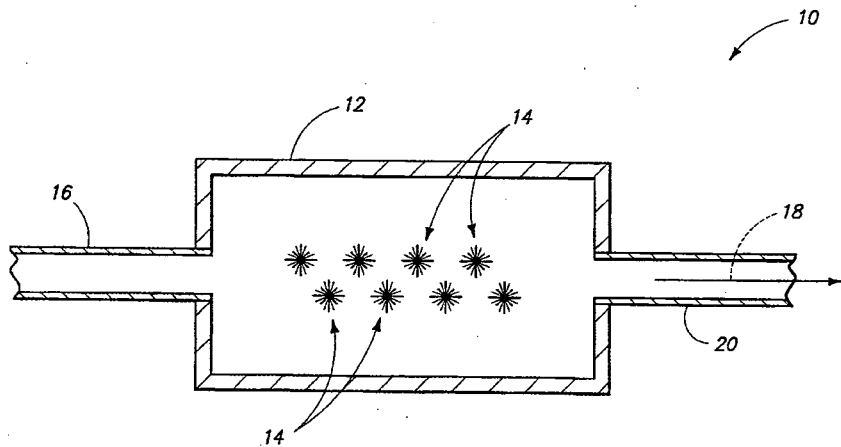
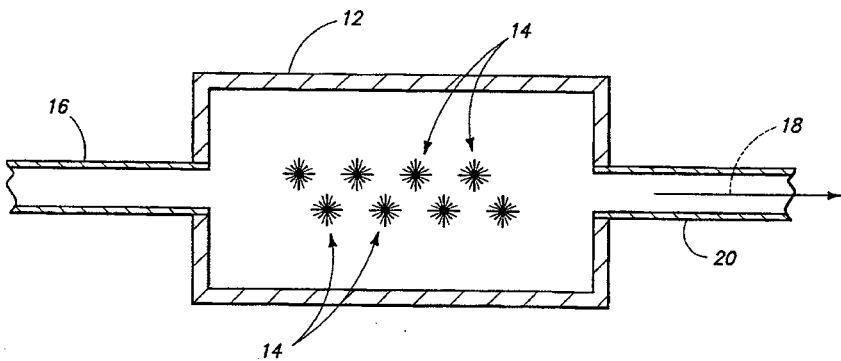
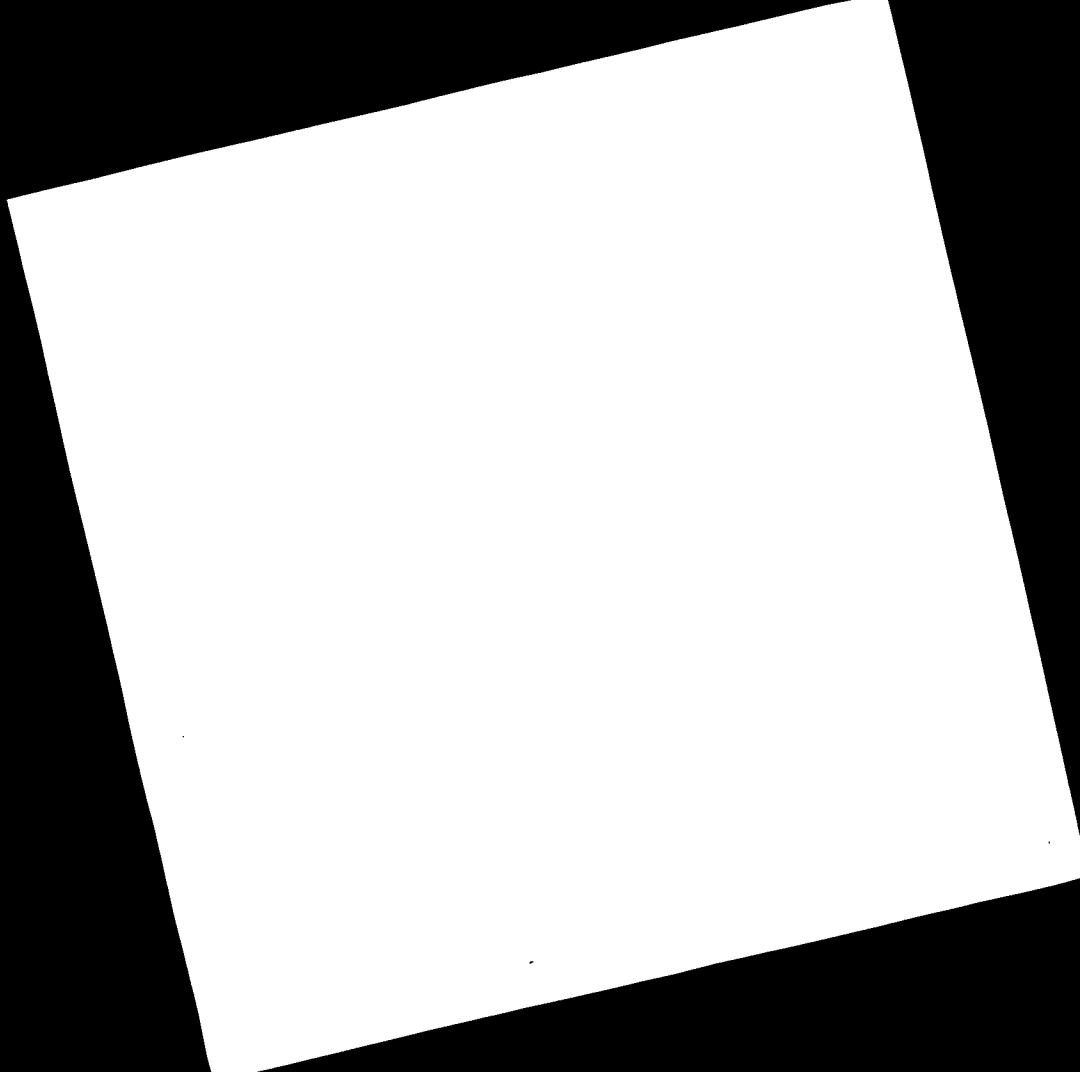


FIG. 1

10

FIG. 1



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-135361- -00000-0000

Fecha: 2010-11-02 13:32:05 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 37

Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	LISTA DE CHEQUEO ADMISIÓN A TRÁMITE – NUEVAS CREACIONES
---	--

PATENTE DE INVENCION ☐ MODELO DE UTILIDAD ☐ Art 33 Decisión 486/00

☐	Indicación que se solicita una patente.
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Descripción de la invención
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
Completa ☐ Incompleta ☐	

PATENTE DE INVENCION PCT ☒ MODELO DE UTILIDAD PCT ☐ Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

☒	Indicación que se solicita una PCT
☒	Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☒	Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
Completa ☐ Incompleta ☐	

DISEÑO INDUSTRIAL ☐ (Art. 119 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita Diseño industrial
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐ Incompleta ☐	

ESQUEMA DE TRAZADO ☐ (Art. 92 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita un esquema de trazado
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica de un esquema de trazado
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐ Incompleta ☐	



Bogotá D.C.,
2020

Doctor(a)
CASTILLO GRAU GERMAN
Apoderado(a) y/o Representante de
BATELLE MEMORIAL INSTITUTE

REFERENCIA	Radicación No.	10 135361
	Solicitud internacional	PCT/US2009/040551
	Fecha inicio fase nacional	16/11/2010
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	158871

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

1. La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de los requisitos exigidos por los artículos 63 y subsiguientes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente, deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando ésta fuere persona jurídica.
2. El solicitante debe presentar un nuevo título que permita identificar la materia de la cual trata la solicitud, ya que el título relacionado no se encuentra con la precisión necesaria para identificar claramente el objeto de la solicitud de patente. (Regla 4.3 PCT, Art 26-27 D-486, Circular única 5.2.9)
3. La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante, conforme a lo establecido por el artículo 26 literal k) de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina. Cuando se trate de documentos otorgados en el extranjero, estos deberán legalizarse de conformidad con lo dispuesto por los artículos 259 y 260 del Código de Procedimiento Civil. Cuando se trate de las declaraciones a que hace referencia la Regla 4.17 ii) del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes PCT., el alcance de las tales declaraciones se determinará según indiquen claramente una cesión de derechos del inventor al solicitante o su causante, de conformidad con lo dispuesto en el numeral 5.2.15 del Capítulo Quinto, Título X de la Circular Única de Superintendencia de Industria y Comercio.

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Continúa en la página siguiente...

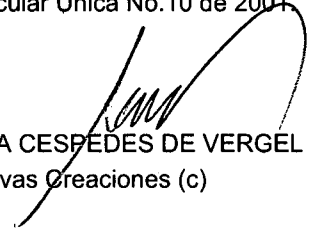


Continuación radicado No: 10 135361

40

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Unica No.10 de 2001.


ALIX CARMENZA CESPÉDES DE VERGEL
Directora de Nuevas Creaciones (c)

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha 10.3 DIC. 2010
adpa11