

Bogotá:
Calle 7 No 24-89 Of 3801 A
Ed. Colparia
Tel (571) 5612020

Medellín:
Calle 32D No.80 B 12
Tel (574) 2500402

servicliente@provimarcas.com.co
www.provimarcas.com.co
Colombia / Suramérica

 **PROVIMARCAS**
se anticipa porque sabe

Señores
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES
E. S. D.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 10-163442-00001-0000

Fecha: 2011-02-17 12:57:51 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 329 CTOINFORMACION Folios: 12



No. 10-163438-00001-0000

Fecha: 2011-02-17 11:24:08 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 4 DISEÑO Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 329 CTOINFORMACION Folios: 12

REFERENCIA: ANEXO DOCUMENTO PATENTE INVENCION
EXPEDIENTE: 10 163438
PATENTE DE INVENCION: MEZCLA PARA DECOLORAR LICORES DE
SACAROSA "COLOR OFF"
SOLICITANTE: LIPESA COLOMBIA S.A.

Gustavo Adolfo Ortega Hernández, en mi calidad del solicitante de la patente de invención de la referencia, me permito anexar documento que contiene:

- Resumen
- Descripción de la patente
- Reivindicaciones de la patente
- Figuras

Si bien, el documento anexo se presenta de manera extemporánea al radicado, solicitamos de manera muy respetuosa al Despacho, tener en cuenta el presente escrito para el estudio de la patente solicitada.

Cordialmente,


GUSTAVO ADOLFO ORTEGA HERNÁNDEZ
C.C. 71.645.365. de Medellín
T.P. No. 55.358 del C.S.J.

ANEXO 11 FOLIOS

(72) Inventor/es: ORLANDO RAFAEL IZARRA GUERRERO /ZORAIDA MARIA RIVAS PARRA

(54) Título: MEZCLA PARA DECOLORAR LICORES DE SACAROSA "COLOR OFF"

(57) Resumen:

LA SIGUIENTE INVENCION PROVEE UN PROCEDIMIENTO PARA LA DECOLORACION DE SOLUCIONES CONCENTRADAS DE SACAROSA, PARA TODOS LOS PROCESOS DE PRODUCCION DE AZUCARES REFINADOS QUE EMPLEAN CAÑAS Y REMOLACHAS ESPECIFICAS PARA PRODUCCION DE AZUCARES, CON REMOCION SIMULTANEA DE LA TURBIEDAD Y UNA ACCION BIOCIDA EN LA SOLUCION, UTILIZANDO UNA SOLUCION DE SALES DE CLORITO DE METAL ALCALINO, CARBONATOS Y BICARBONATOS ESTABILIZADOS Y UNA SOLUCION DE PEROXIDO DE HIDROGENO, DENOMINADA "COLOR OFF", PARA PRODUCIR (IN SITU), EN MEDIO ACIDO UNA SOLUCION DE DIOXIDO DE CLORO.

MEZCLA PARA DECOLORAR LICORES DE SACAROSA PROVENIENTES DE CAÑAS Y REMOLACHAS ESPECIFICAS PARA PRODUCCION DE AZUCARES

Alcance

Se ha desarrollado un procedimiento para producir una mezcla que permite la decoloración a valores superiores al 80%, del licor de sacarosa para refinerías de azúcar. La refinación de azúcar de caña es un proceso que se inicia con la disolución de azúcar lavado o afinado. El licor es sometido a tratamiento químico primario, con la adición de un floculante catiónico y una mezcla decolorante, a un determinado flujo de licor, una determinada dosis de los mismos y a una temperatura y pH controlados. La dosis de la mezcla decolorante es independiente del color del licor disuelto, la dosis se determina partir de la calidad del producto y a la mejoras en el proceso.

Campo de la invención:

La presente invención se relaciona con la rama de la química y la ingeniería química, en particular se refiere al desarrollo de una mezcla para la decoloración de licores de la industria azucarera.

Antecedentes de la Invención

Los procesos de refinación consisten, en la purificación de los cristales de azúcares afinados y/o lavados provenientes de la extracción, clarificación, y concentración de los jugos de las plantas de caña y remolacha, según el caso, los cuales son cristalizados en proceso por lote. La eliminación de las impurezas se inicia mediante tratamiento químico primario de la solución azucarada de 60-65° Brix, una temperatura de 65-70°C, un pH de 6.5 y floculantes y sacarato para ajustar el pH a 7,0-7,4.

El tratamiento químico secundario consiste inicialmente en la fosfatación o carbonatación, o una combinación de ambas con adición de polímero aniónico, para luego entrar en un proceso de clarificación por flotación, que elimina mediante extracción de espumas, la turbiedad de la solución con una ligera reducción de color. Posteriormente se utilizan técnicas basadas en fenómenos de intercambio iónico como se ha divulgado en las patentes, Bento US50195442 y US5096500, Gil US5281279, Pollo US3961981, Cartier US4247340, Stevens US4871397. La disposición del agua de lavado y de las soluciones regenerantes de desecho constituyen un problema de difícil solución, siendo una desventaja de este método.

Se conocen otras publicaciones donde se referencia el uso de resinas cuaternarias Fries US4082564 y del peróxido de hidrogeno Farag US4076552, en procesos de decoloración. Así como también se ha publicado por Burgos (1994) el uso del peróxido de hidrógeno en combinación con aminas cuaternarias y zeolitas para el mismo fin. No obstante, los costos iniciales son la gran desventaja de esos métodos, los cuales resultan solo aplicables en refinerías de gran capacidad.

El empleo del carbón animal o carbón de hueso en procesos de decoloración ha sido divulgado en Theoleyre (1998) y US5865899. Asimismo, el empleo de la nano filtración ha sido divulgado en Saska (1994) US6228178, donde se indica que este método permite hacer modificaciones en el proceso tradicional, alcanzando grados de decoloración del 50 al 85%, menor que los obtenidos por los métodos tradicionales, sin embargo tiene un efecto beneficioso en la cristalización. Esos procesos tienen la desventaja de necesitar una etapa previa de ultra filtración del licor clarificado, el cual debe ser diluido hasta 15°Brix antes de la nano filtración y concentrado con posterioridad; la presión de operación es alta, la limpieza de las membranas debe ser frecuente, en algunos casos diaria, y requiere soluciones peligrosas y corrosivas de difícil manejo que incluyen sosa cáustica y ácido fosfórico, además de que deben ser reemplazadas con alta frecuencia. Todos estos aspectos implican un incremento de costo de operación.

En la patente internacional WO 99/55918 se reivindica el uso del ozono para lograr la decoloración parcial de los colorantes presentes en siropes unidos a otros procesos de decoloración como carbonatación, fosfatación, resinas de intercambio iónico. Asimismo, la patente norteamericana US6368413 emplea el ozono inyectándolo de forma discontinua una o varias veces para decolorar una solución de azúcar crudo que es agitada de forma continua.

No obstante dichos procesos tienen la desventaja de requerir la producción y manejo del ozono, altamente corrosivo y peligroso para la salud humana y el medio ambiente.

Debido a todas las desventajas que presentan las técnicas conocidas en el estado del arte, la tarea de esta invención consiste en poner a disposición un procedimiento para producir una mezcla útil para la decoloración de jarabes o siropes de azúcar afinado y/o lavado.

En otra modalidad de la invención, también se provee una mezcla que es útil para la decoloración de jarabes de azúcar afinado y/o lavado.

En otra modalidad de la invención también se provee un proceso de decoloración de jarabes o siropes de azúcar afinado y/o lavado, que sea sencillo, económico y que permita una decoloración a valores superiores al 80%.

Breve Descripción de la invención

Un procedimiento para la decoloración de soluciones azucaradas utilizando una mezcla de clorito metálico alcalino con peróxido de hidrogeno para producir dióxido de cloro in situ relativamente estable en solución altamente alcalina, que transforma la turbiedad coloidal en filtrable, y disminuye el color, por su capacidad oxidante de las sustancias colorantes presentes en los jarabes proveniente de los procesos de disolución que emplean caña y remolacha específicas para producción de azúcares.

Descripción de la invención

Las disoluciones de cristales de sacarosa de azúcares afinados y/o lavados contienen una cantidad apreciable de impurezas solubles, cenizas, moléculas colorantes, polisacáridos, iones metálicos (especialmente hierro), sedimentos insolubles o partículas, y pequeñas moléculas orgánicas, que incluyen compuestos volátiles y ácidos orgánicos. Dichas sustancias son difíciles de retirar en los procesos convencionales de clarificación utilizados en la industria azucarera en general. Y por lo tanto, se convierten en un serio problema en los procesos de filtración, en los sistemas de intercambio iónico, o en sistemas de tratamiento con carbón, puesto que reducen su capacidad y eficiencia e incrementan costos.

Ahora bien, entre los constituyentes más problemáticos que pueden permanecer en el azúcar, se encuentran los colorantes y los polisacáridos. Ambos tipos de moléculas son de alto peso molecular, y tienen estructuras moleculares que propician su tendencia a ocluirse dentro del cristal.

Entre los colorantes presentes en los azúcares afinados y/o lavados se encuentran:

Fenolitos: Pigmentos de las plantas de bajo peso molecular; pueden estar enlazados a polisacáridos; de color amarillo pálido a anaranjado; reaccionan con hierro produciendo un color muy oscuro; pueden dimerizar u oxidarse; naturales de la caña; en menor medida en la remolacha.

Caramelo: Colorante de proceso por degradación térmica del azúcar; de alto peso molecular y baja carga neta.

Productos de degradación alcalina: tienen bajo peso molecular hasta polimérico, dependiendo del grado de degradación

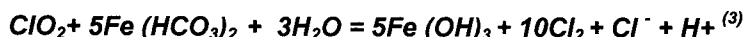
Melanoidina: Productos de pardeamiento de aminoácidos con los compuestos fenólicos; de alto peso molecular.

Melanina: Productos de reacción de aminoácidos con los compuestos fenólicos; muy oscuros; de peso molecular medio, sin mucha carga.

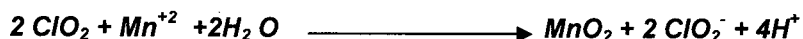
Ahora bien, los polisacáridos predominantes en la refinación del azúcar de caña e impactan la calidad del azúcar se encuentra; **el almidón, la dextrana y el ISP** (indigenous sugarcane polysaccharide) polisacárido natural de la caña de azúcar, compuesto por arabinosa, galactosa y ácido glucurónico.

La acción oxidante del dióxido de cloro a menudo mejora el gusto, olor y color de un medio determinado. En una solución azucarada el dióxido de cloro reacciona con los compuestos fenólicos, sustancias orgánicas e iones metálicos (principalmente Fe y Mn).

Para el caso de iones metálicos, éstos precipitan como hidróxidos y se pueden remover fácilmente mediante filtración. La acción de la mezcla de la invención sobre la transformación de turbidez coloidal en turbidez filtrable es la siguiente.



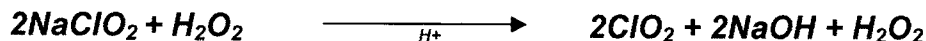
En general el mecanismo que permite una reducción importante de la turbiedad en la solución azucarada se explica mediante las siguientes reacciones:



Los contenidos de cenizas y de impurezas orgánicas ejercen una acción melasigénica y pequeñas concentraciones afectan la clarificación, el color y la filtrabilidad de los licores, este último es un parámetro de vital importancia afectado por el almidón, la cera y las gomas.

El mecanismo consiste en actuar sobre compuestos no-coloreados que pueden generar color, o reaccionar para formar color durante el procesamiento o almacenamiento de soluciones de azúcar. Estos materiales se conocen como precursores de color. Estos precursores incluyen aminoácidos, muchos ácidos hidróxidos y aldehídos y hierro, que forma complejos con fenoles para crear cuerpos de color; 5-hydroxymethylfurfural (HMF); 3-deoxy-d-glucosone (3-D-G) y azúcares reducidas. Estos materiales a menudo tienen bajo peso molecular y son difíciles de remover de la solución de Sacarosa que al reaccionar con $\text{ClO}_2/\text{HClO}_2$ se transforman en sustancias filtrables convencionalmente.

La invención se refiere a la producción de una solución decolorante mediante la reacción de clorito metálico alcalino con peróxido de hidrogeno, obteniéndose una mezcla de dióxido de cloro, peróxido de hidrogeno e hidróxido de sodio, así:



El tiempo de reacción del dióxido de cloro y el peróxido es fundamental, por lo tanto el tiempo de contacto entre las especies químicas tiene que ser calculado para evitar reacciones indeseables entre el dióxido de cloro generado y el peróxido de hidrogeno en exceso. Por lo tanto es fundamental que la mezcla se realice en el punto de dosificación a la solución azucarada, permitiendo un tiempo de contacto suficiente para que se lleve a cabo la reacción anterior.

El procedimiento consiste en dosificar en forma continua la solución de clorito metálico alcalino estabilizado y la solución de peróxido de hidrogeno a un recipiente de mezcla con un tiempo de reacción de 5-20 min a temperatura y presión ambiente, para obtener la mezcla decolorante la cual es suministrada inmediatamente a la solución de azúcar lavado o afinado.

Ejemplos de aplicación

Ejemplo 1.

Se realizo una serie de experimentos con diferentes dosis de la mezcla decolorante Tabla 1, para una solución azucarada con las siguientes características:

Color inicial	980
Turbiedad inicial	1127
Color Total	2107
Decolorante CC	0,75
Licor (65 Brix) Gr.	1750

Tabla 1.

Mezcla	NaClO ₂ (12,5%) cc	H ₂ O ₂ (50%) cc	pH	Color ICUMSA*	Turbiedad ICUMSA*
1	0,5	0,3	8,3	372	169
2	1,0	0,5	8,4	303	45
3	1,2	1,2	7,8	245	22

*(ICUMSA) International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis

Ejemplo 2.

Con la dosificación de la mezcla decolorante objeto de la invención que mostró el mejor comportamiento se procedió a realizar ensayos con licores de azúcares de color y turbiedad variable obtenidos de diferentes origen ver Tabla 2

Tabla 2.

Licor de zucar	1	2	3
Color ICUMSA inicial	852	988	1146
Turbiedad ICUMSA inicial	1295	1502	1743
Color Total	2147	2491	2889
Color ICUMSA final	140	185	228
Turbiedad ICUMSA final	26	53	113
Color Total	166	238	341
% Decoloración	84%	81%	80%
% de caída de turbiedad	98%	97%	94%

La mezcla decolorante tiene la capacidad de reducir de manera determinante la turbiedad de las soluciones azucaradas (**ver Figura 2**), y actúa como un poderoso decolorante, (**ver Figura 1**), mediante la oxidación parcial o total de las moléculas colorantes. Estos materiales incluyen aminoácidos, muchos ácidos hidróxidos y aldehídos y hierro, que forma complejos con fenoles para crear cuerpos de color; 5-hydroxymethylfurfural (HMF); 3-deoxy-d-glucosone (3-D-G) y azúcares reducidos, estos materiales a menudo tienen bajo peso molecular y son difíciles de remover de la solución de azúcar, por lo que la invención viene a resolver de una manera sencilla, practica y con bajo costo.

La solución azucarada de 60-65° Brix, tratada con la mezcla decolorante muestra un comportamiento muy estable en la clarificación por flotación, formando una espuma consistente y mejoras en la velocidad de reacción de los polímeros aniónicos utilizados en los procesos de fosfatación y/o carbonatación, el jarabe clarificado presenta una reducción de viscosidad, que se evidencia en las mejoras en la filtración y velocidad en la cristalización, permitiendo la incorporación de las mieles producto del primer cocimiento en la disolución, lo que permite un incremento en la recuperación de sacarosa en la refinería.

Una de las ventajas de la mezcla es su capacidad de estabilizar el pH de la solución, parámetro de control indispensable en el proceso de refinación de azúcar, que es un indicador de inversión de la sacarosa.

La acción biocida del dióxido de cloro generado es una de las propiedades adicionales que la invención proporciona. Una investigación reciente en los Estados Unidos y Canadá demostró que el dióxido de cloro destruye enterovirus, E. coli y amebas y es efectivo contra

los quistes de *Cryptosporidium*., esto permite la comercialización de las mieles de refinería en la Industria de Alimentos, bajo parámetros de seguridad alimentaría.

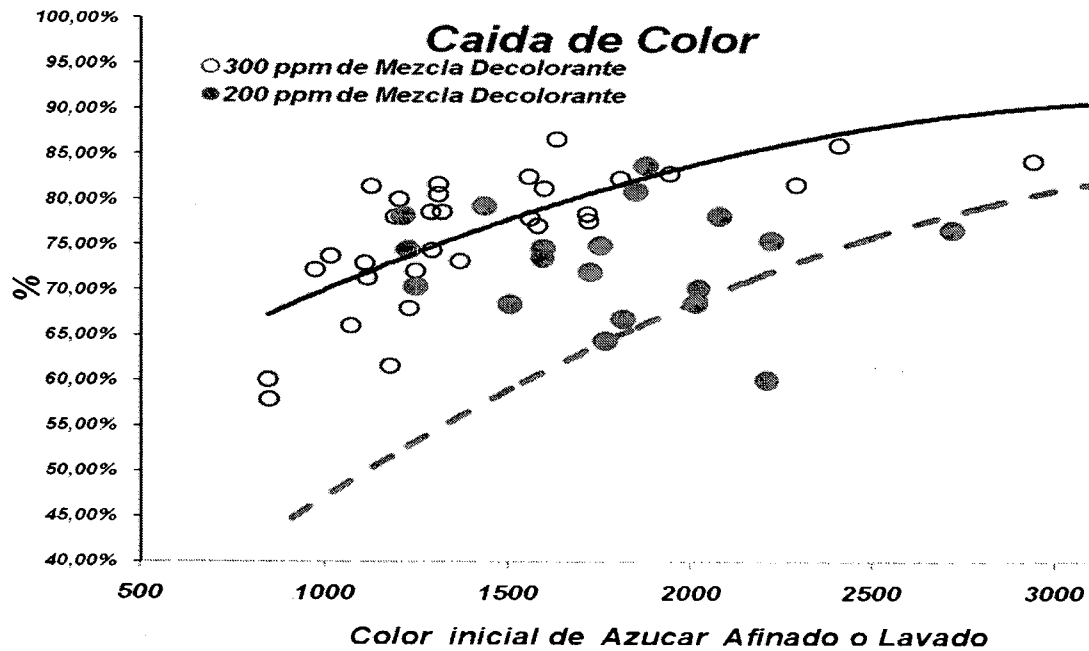


Figura -1

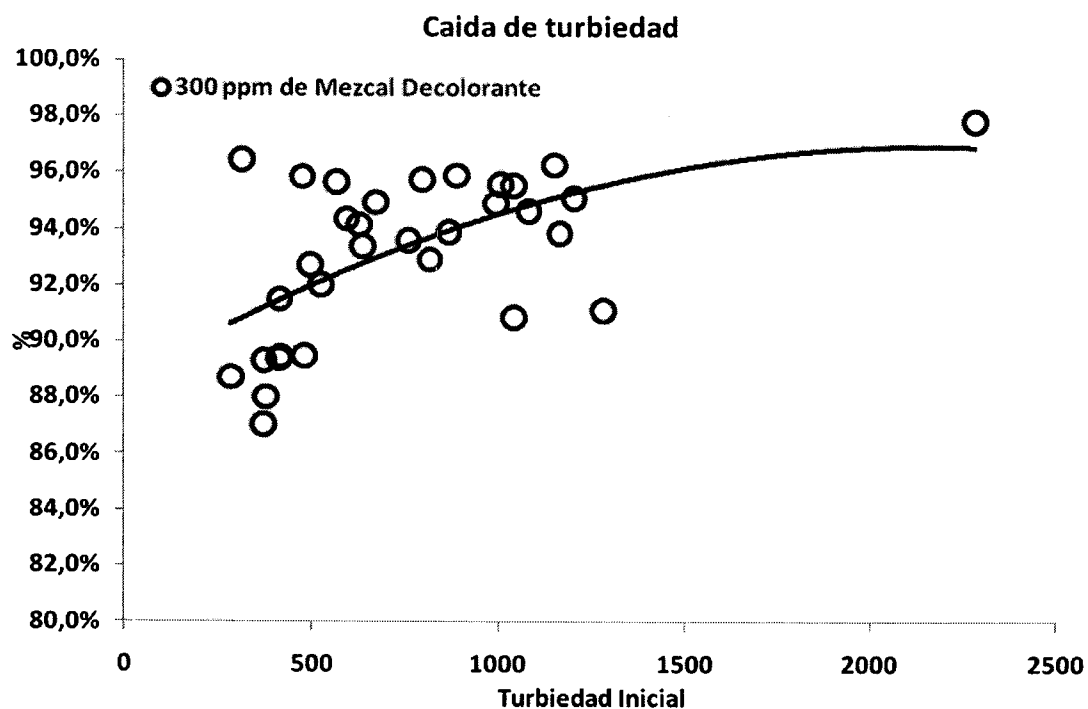


Figura-2

La invención ha sido ilustrada por las realizaciones preferidas antes descritas. Se debe entender. Sin embargo, que las realizaciones preferidas se ofrecen solo a título ilustrativo, y no se debe considerar que limitan la invención. Tales realizaciones de la invención, como caen dentro del alcance y articulado de las reivindicaciones adjuntas, se deben considerar como parte de esta invención.

Reivindicaciones

1. Un procedimiento para obtener una mezcla que permite la decoloración de jarabes o siropes de azúcar afinado y/o lavado caracterizado porque se hace reaccionar clorito metálico alcalino con peróxido de hidrogeno para producir dióxido de cloro *in situ* estable en solución altamente alcalina.
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 caracterizado porque el clorito metálico alcalino es clorito de sodio estabilizado y se mezcla en una proporción 1:20 peso a peso con el peróxido de hidrogeno para generar la mezcla decolorante.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 caracterizado porque la concentración del clorito de sodio estabilizado es de 10 a 25% en peso.
4. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 caracterizado porque la solución de clorito de sodio se estabiliza con carbonatos y bicarbonatos de sodio.
5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 caracterizado porque la concentración del peróxido de hidrogeno es de 25 a 50% en peso.
6. El procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5 caracterizado porque el tiempo de reacción entre el clorito y el peróxido está entre 1 a 60 minutos.
7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6 caracterizado porque el tiempo de reacción entre el clorito y el peróxido está entre 5 a 20 minutos.
8. El procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 7 caracterizado porque se realiza a temperatura y presión ambiente.
9. Una mezcla para la decoloración de jarabes de azúcar afinado y/o lavado caracterizada porque se obtiene mediante el procedimiento de las reivindicaciones 1 a 8.
10. Un proceso de decoloración de jarabes o siropes de azúcar afinado y/o lavado, caracterizado porque se dosifica la mezcla de la reivindicación 9 a una disolución azucarada, en un tanque de disolución de azúcar afinado y/o lavado, durante un tiempo de contacto suficiente para que se llevan a cabo las reacciones de decoloración.

11. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10 caracterizado porque se dosifica un floculante catiónico en un tanque de mezcla después del tanque de disolución de azúcar.
12. El procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 11 caracterizado porque también se aplica a los procesos de refinación de azúcar que utilizan los procesos de fosfatación, carbonatación, resinas de intercambio iónico, carbón activado, Nanofiltración, para decolorar licores de azúcar.



Bogotá D.C.,
2020

Doctor(a)
ORTEGA HERNANDEZ GUSTAVO ADOLFO
Apoderado(a) y/o Representante de
LIPESA COLOMBIA S.A.

REFERENCIA	Radicación No.	10 163442
	Trámite	2
	Evento	1
	Actuación	430
	Oficio No.	203850

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica que:

1. Debe presentar un capítulo reivindicatorio precisando la materia para la cual se solicita protección. Las reivindicaciones deben ser claras y concisas y estar enteramente sustentadas con la descripción. Por su estructura, se compone de: a) un preámbulo, el cual sirve para situar el objeto de la invención dentro de un contexto técnico; y b) una parte característica, que define lo que se considera novedoso y se desea proteger. Estas dos partes están separadas por la expresión "caracterizada por" u otra equivalente. Deben definirse claramente las características que lo distinguen de los restantes conocidos, sin describir ventajas de funcionamiento o uso, sólo se debe caracterizar técnicamente.

En cumplimiento del artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos (2) 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.

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.

JOSE LUIS SALAZAR LOPEZ
Director de Nuevas Creaciones (c)

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha 03 MAR. 2011
adpa11