

Contactenos

De: NATALIA NOSSA <NNOSSA@prietocarrizosa.com>
Enviado el: miércoles, 30 de abril de 2014 12:56 p. m.
Para: 'contactenos@sic.gov.co'; 'infosic@sic.gov.co'; 'contactenos@sic.gov.co';
'infosic@sic.gov.co'
CC: PATMARKS (prietocarrizosa); PATMARKS (prietocarrizosa)
Asunto: Radicación respuesta a requerimiento
Datos adjuntos: 2521043_1.pdf; 2521209_1.pdf; 2521095_1.pdf

Estimados Señores,

Por medio de la presente presento oportunamente respuesta al requerimiento contenido en el Oficio No. **22874** del 17 de diciembre de 2013, emitido en el trámite de registro de patente que cursa en el Expediente No. 11.160.780.

Un cordial saludo,

Natalia Nossa
prietocarrizosa

Carrera 9 # 74-08, Bogotá D.C., Colombia
+ (571) 3268600 (Main) Ext. 1464
www.prietocarrizosa.com

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 11-160780- -00008-0000

Fecha: 2014-04-30 16:20:17 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 523 RESPUESTA Folios: 28

Colombia Law Firm of the Year 2012 and 2013

Chambers & Partners. Latin America Awards for Excellence

Colombia Law Firm of the Year 2012, 2013 and 2014

International Financial Law Review

Colombia Transfer Pricing Firm of the Year 2012

International Tax Review

🖨 La sostenibilidad del medio ambiente comienza en casa, piense antes de imprimir!

* Aviso de confidencialidad: Este mensaje es para el uso exclusivo de la persona o entidad a la que se encuentra dirigido y puede contener información privilegiada o confidencial. Si usted ha recibido por error esta comunicación, sírvase notificarnos de inmediato telefónicamente al (571) 3268600 o vía e-mail, borrar de inmediato el mensaje y abstenerse de divulgar su contenido. Cualquier opinión, conclusión u otra información contenida en este mensaje, que no esté relacionada con las actividades oficiales de nuestra firma, deberá considerarse como nunca proporcionada o aprobada por la firma.

* Confidentiality notice: This message is intended only for the use of the individual or entity to which it is addressed and may contain information that is privileged or confidential. If you received this communication in error, please notify us immediately by telephone (571) 3268600 or by e-mail, delete the e-mail and do not disclose its content to any person. Opinions, conclusions and other information in this message, not related to the official business of our firm, shall not be understood as given or endorsed by it.

Señores

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Dirección de Nuevas Creaciones

E. S. D.

Expediente: 11.160.780

Titular: EVONIK DEGUSSA GMBH.

Asunto: RESPUESTA A REQUERIMIENTO.

MAURICIO PATIÑO BONNET, mayor de edad, vecino de esta ciudad, identificado como aparece al pie de mi firma, portador de la tarjeta profesional número 73.583 del Consejo Superior de la Judicatura, en mi calidad de apoderado de **EVONIK DEGUSSA GMBH**, por medio del presente memorial acudo a la Dirección de Nuevas Creaciones de la Superintendencia de Industria y Comercio con el fin de **DAR RESPUESTA** al Oficio No. **22874** notificado por fijación en lista de fecha 17 de diciembre de 2013, de acuerdo como sigue:

TÍTULO, CLARIDAD Y EXCEPCIONES DE PATENTABILIDAD

Con el fin de superar las objeciones que por claridad, título y excepciones de patentabilidad planteó su Despacho, presento nueva memoria descriptiva y pliego reivindicatorio compuesto por dos (2) reivindicaciones, en el cual y siguiendo lo sugerido por el Señor Examinador, se han realizado las siguientes modificaciones. A saber:

- La nueva reivindicación independiente 1 y su secundaria dependiente 2 reivindicán un procedimiento de preparación de ésteres de alquilo de ácidos grasos.
- La nueva reivindicación independiente 1 incluye las características técnicas esenciales definidas en las antiguas reivindicaciones 6, 7, 9, 10 y 11. Así, la nueva reivindicación 1 ha sido enmendada para incluir una serie de etapas y parámetros operativos propios de la definición de las reivindicaciones de procedimiento. A saber:

El término "sistema catalizador" se ha reemplazado por "catalizador bicomponente". Esta modificación tiene soporte en la página 3 de la memoria descriptiva original ("*El sistema catalizador empleado según la invención presenta dos componentes [...]*").

Los términos "alcanolatos de metales alcalinos o alcalinotérreos" y "solventes orgánicos", se han sustituido por el listado de compuestos descrito en la antigua reivindicación 7 y por el listado de solventes descrito en la antigua reivindicación 3, respectivamente.

La expresión "ésteres de alquilo de ácidos grasos" ha sido sustituida por "ésteres de alquilo de ácidos grasos donde los radicales acilo derivan de ácidos grasos que tienen de 3 a 23 átomos de carbono en la cadena alquílica". Esta modificación tiene soporte en la página 5 de la memoria descriptiva original.

El término "alcohol monohídrico" ha sido sustituido por el listado de alcoholes monohídricos descrito en la antigua reivindicación 11.

Con respecto al término "mono-, di- o triglicérido" respetuosamente pongo de presente que dicho término no es de carácter general, ya que encuentra sustento en la página 6 de la memoria descriptiva original: "*Las sustancias de partida preferidas para el procedimiento según la invención son, sobre todo, las grasas naturales, que representan mezclas de predominantemente triglicéridos y pequeñas fracciones de diglicéridos y/o monoglicéridos [...]*".

Así mismo, el término "catalizador de transesterificación" no es de carácter general ni sugiere de forma imprecisa el alcance de protección, toda vez que este término se refiere a sustancias para catalizar reacciones de transesterificación, las cuales se encuentran debidamente definidas en la nueva reivindicación 1 mediante la lista de compuestos "[...] metanolato de sodio, metanolato de potasio, etanolato de sodio, etanolato de potasio [...] ". Por tanto, el ámbito de protección de dicha reivindicación con respecto a los catalizadores de transesterificación se limita a la lista anteriormente mencionada.

La expresión "al menos" referida a un mono-, di- o triglicérido se ha reemplazado por el término "o mezclas de los mismos", toda vez que hay ejemplos en la memoria descriptiva original (aceites naturales, que son mezclas predominantemente de triglicéridos y pequeñas proporciones de diglicéridos y/o monoglicéridos) que sustentan el uso del término anteriormente mencionado.

La expresión "al menos" referida al alcohol monovalente se ha reemplazado por el término menos ambiguo "o mezclas de los mismos". Esta modificación encuentra sustento en la página 4 de la memoria descriptiva original.

Por demás, dicha modificación encuentra sustento en los ejemplos complementarios 4.1 y 4.3 (ver Anexo ii), los cuales ponen de manifiesto que la presente invención también funciona cuando se usan mezclas de alcoholes monovalentes.

Adicionalmente, estos ejemplos comparativos apoyan el uso de las expresiones "*un catalizador de transesterificación seleccionado de metanolato de sodio, metanolato de potasio, etanolato de sodio, etanolato de potasio o mezclas de los mismos*" en la nueva reivindicación 1, paso a) y "*un solvente orgánico seleccionado de metanol, etanol o mezclas de los mismos*" en la actual reivindicación 1, paso b).

Por tanto, el uso del término "o mezclas de los mismos" referido a los catalizadores de transesterificación, los alcoholes monovalentes o los solventes orgánicos en la nueva reivindicación 1 está apoyado por el hecho de que incluso cuando se utilizan mezclas de disolventes y/o catalizadores de transesterificación, la cantidad de ésteres alquílicos de ácidos grasos obtenidos tras la reacción de transesterificación de acuerdo a la nueva reivindicación 1 (Ejemplos complementarios 4.1 a 4.3) está en el rango (86.8 % a 97.3 %) de cantidades obtenidas con reacciones de transesterificación de acuerdo al arte previo (86.2 % a 98.2 %) (Ejemplos complementarios 2.1 a 2.3), a pesar de el uso de una cantidad mucho menor de catalizador de transesterificación.

Finalmente, con relación a la falta de claridad de la antigua reivindicación 10 ("la transesterificación se lleva a cabo dentro de un rango de presión de 1 a 5 bar") me permito aclarar que el rango de presión de la reivindicación mencionada se refiere a la presión de la reacción de transesterificación, mientras que la presión de 20mbar mencionada en los ejemplos de la descripción se refiere a la presión del proceso de secado del producto de reacción, tras la finalización de la reacción de transesterificación.

- La nueva reivindicación 2 incluye las características técnicas esenciales definidas en la antigua reivindicación 8.
- Las antiguas reivindicaciones 1 a 5 han sido eliminadas del nuevo pliego reivindicatorio.
- Para finalizar y conforme la materia reclamada, el título de la presente solicitud ha sido modificado a **"PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DE ÉSTERES DE ALQUILO DE ÁCIDOS GRASOS"**.

En este sentido, nótese por demás que las modificaciones realizadas al título y al pliego reivindicatorio se encuentran plenamente sustentadas en la memoria descriptiva y no amplían la materia objeto de protección. En consecuencia, las modificaciones planteadas aclaran y limitan la materia objeto de protección, permitiendo una interpretación inequívoca del alcance y su comparación con el estado del arte. Así, las mismas se encuentran en concordancia con los lineamientos del artículo 34 de la D.486.

En consecuencia, las modificaciones planteadas dan por superadas las objeciones que por claridad, título y excepciones de patentabilidad planteó su Despacho, toda vez que el procedimiento de preparación de ésteres de alquilo de ácidos grasos se encuentran plenamente sustentados en la descripción de conformidad con los artículos 14 y 30 de la D. 486.

Por consiguiente, atentamente solicito al señor Examinador acepte las modificaciones propuestas y proceda con el respectivo estudio de patentabilidad.

NOVEDAD

El Despacho considera que **D1** y **D2** afectan la novedad de la presente solicitud de patente, toda vez que las características esenciales de la invención habían sido previamente divulgadas en dichos documentos.

Establece el artículo 16:

"Art. 16. Una invención se considerará nueva cuando no está comprendida en el estado de la técnica [...]".

En este sentido, el Instructivo para el Examen de Solicitudes de Patentes de Invención y Modelos de Utilidad de la Superintendencia de Industria y Comercio¹ (el Instructivo), establece:

"El examinador debe evaluar si la invención es nueva o no, de la siguiente manera:

- *Definir cuáles son las características técnicas esenciales de la primera reivindicación independiente*
- *Comparar, elemento por elemento, las características técnicas esenciales con las características de la materia divulgada en cada documento del estado del arte*
- *Verificar, según la comparación anterior, **si la invención reivindicada es idéntica a lo revelado en el estado de la técnica, en cuyo caso se considera que no tiene novedad***
- *Examinar de la misma manera las otras reivindicaciones independientes, y*
- *Revisar si las reivindicaciones dependientes mencionan elementos nuevos."*² (Negrita fuera del texto)

De lo anterior se desprende que si al comparar, elemento por elemento, las características técnicas esenciales de la invención de mí representada con aquellas características de la materia divulgada en el documento **D1** y **D2** por

¹ Superintendencia de Industria y Comercio "**Examen de Solicitudes de Patentes de Invención y Modelos de Utilidad**", Bogotá D.C., Febrero 8, 2012.

² Íbidem, Pág. 62.

separado, se encuentra que la invención objeto de protección **NO es idéntica** a lo revelado en dichas anterioridades, se considerará que la misma cumple con el requisito de novedad.

Así bien, los documentos del estado del arte **D1** y **D2** son de carácter general y no anticipan el proceso específico que se reivindica en la nueva reivindicación 1, conforme lo siguiente:

D1 no describe la característica técnica esencial de la presente invención, esta es, que el catalizador de transesterificación se usa en una cantidad del 1 al 10% en peso. Por el contrario, **D1** describe en la página 110, párrafo 3 (*"Metilato de sodio [...] Se presenta entonces comercialmente como una solución al 30% en metanol [...]"*), que el metanolato de sodio se usa en una concentración del 30% en peso, exactamente el rango de concentración que se evita en la presente invención.

Asimismo, la página 119 de **D1** (líneas 16-18: *"La cantidad de catalizador a utilizar depende de la acidez del aceite, pero suele variar entre un 0,5 y 1%"*) menciona la cantidad de catalizador con respecto al aceite que se va a esterificar, y no con respecto al solvente en el sistema catalizador, como en la nueva reivindicación 1. Por tanto, dichas cantidades no son comparables de forma directa y **D1** no anticipa dicha característica técnica esencial de la nueva reivindicación 1.

Igualmente, con respecto a las citas del documento del estado del arte **D2** referidas por el Sr. Examinador, respetuosamente deseo señalar que en la página 255 de **D2** (párrafo 4.2: *"As a catalyst in the process of alkaline methanolysis, mostly sodium hydroxide or potassium hydroxide have been used, both in concentration from 0.4 to 2% w/w of oil. Refined and crude oils with 1% either sodium hydroxide or potassium hydroxide catalyst resulted successful conversion. Methanolysis of soybean oil with the catalyst 1% potassium hydroxide has given the best yields and viscosities of the esters"*) solo se menciona la concentración del catalizador con respecto al aceite que se va a transesterificar, y no con respecto al solvente en el cual se lleva a cabo la reacción, conforme la nueva reivindicación 1. Por tanto, dichas cantidades no son comparables de forma directa y **D2** no anticipa dicha característica técnica esencial de la nueva reivindicación 1.

Así pues, la nueva reivindicación 1 incluye la característica distintiva "el contenido del catalizador de transesterificación es del 1 al 10% en peso" (no con respecto al aceite con el que se hace reaccionar).

En consecuencia, según los lineamientos del artículo 16 y del Instructivo, la nueva reivindicación independiente 1, y su dependiente 2, cumplen con el requisito de novedad para que le sea conferido el privilegio de patente de invención, toda vez que realizada la comparación elemento por elemento de las características técnicas esenciales del procedimiento reivindicado, se puede concluir que el contenido del catalizador de transesterificación no había sido previamente divulgado y por ende la invención de mi representada no es idéntica a lo revelado en **D1** y **D2** por separado.

NIVEL INVENTIVO

El Despacho considera que la persona del oficio normalmente versada en la materia, lograría sin ningún esfuerzo obtener la materia objeto de protección, basado en las enseñanzas de **D1** y **D2**.

Establece el artículo 18:

"Art. 18

Se considerará que una invención tiene nivel inventivo, si para una persona del oficio normalmente versada en la materia técnica correspondiente, esa invención no hubiese resultado obvia ni se hubiese derivado de manera evidente del estado de la técnica".

En este sentido es importante poner de presente que el examen de nivel inventivo está dirigido a determinar si la invención reivindicada había sido sugerida o enseñada en el estado del arte, de acuerdo con el conocimiento de un técnico medio en la materia. Para los anteriores efectos, el método problema-solución le indica al Examinador que al realizar el examen de nivel inventivo debe:

"- Identificar el estado de la técnica cercano a la invención reivindicada

El estado de la técnica cercano es un documento que se encuentra en el mismo campo técnico que la invención o trata de solucionar el mismo problema o uno semejante. Suele ser el que tiene más características en común con la invención o presenta leves modificaciones de estructura e indica la misma función, propósito. En caso de que haya varios documentos relacionados, el estado de la técnica cercano es el documento que menciona una función, propósito, problema a resolver ó actividad semejante al de la invención.

- *Determinar la diferencia entre la invención y estado de la técnica cercano.*
- *Definir el efecto técnico causado y atribuible al elemento diferencial.*
- *Deducir el problema técnico objetivo.*
- *Evaluar si la invención reivindicada, partiendo del estado de la técnica cercano y del problema técnico objetivo, habría sido obvia para la persona medianamente versada en la materia.”³*

En este mismo sentido el Instructivo establece:

“En las siguientes situaciones se considera que hay indicios de nivel inventivo:

[...]

- *Efecto técnico sorprendente.*
- *Superación de dificultades no resueltas por las técnicas rutinarias.*
- *Necesidad de más de dos documentos para examinar nivel inventivo.*

[...]”⁴.

Al respecto, los siguientes argumentos ponen en evidencia que la diferencia técnica de la nueva reivindicación 1 (el rango específico de concentración del 1 al 10% en peso del catalizador de transesterificación) le otorgan nivel inventivo a la invención de mi mandante. Veamos:

³ Superintendencia de Industria y Comercio **“Examen de Solicitudes de Patentes de Invención y Modelos de Utilidad”**, Bogotá D.C., Febrero 8, 2012, Pág. 72 - 73.

⁴ Íbidem, Pág. 74.

1. No existen indicios en **D1** y **D2** que sugieran la aplicación de un catalizador bicomponente con un contenido de catalizador de transesterificación en el rango anteriormente mencionado. En efecto, la única divulgación que se refiere a este aspecto es la página 110 de **D1** (párrafo "*Metilato de sodio [...] Se presenta entonces comercialmente como una solución al 30% en metanol [...]*"). En otras palabras, **D1** sugiere el uso de una cantidad de catalizador de transesterificación mucho mayor que la descrita en la actual reivindicación 1, que es precisamente lo que se evita en la presente invención. Por tanto, **D1** no solo no anticipa el rango de concentración del catalizador de transesterificación, sino que sus enseñanzas apuntan al uso de una concentración mucho más elevada.

Esta razón sería suficiente para demostrar que la materia reivindicada en la nueva reivindicación 1 no es obvia y por consiguiente inventiva con respecto a los documentos del arte previo **D1** y **D2**.

2. Adicionalmente, tal como lo he señalado anteriormente, la concentración de catalizador de transesterificación descrita en la nueva reivindicación 1 no es arbitraria, sino que proporciona ventajas considerables con respecto a la realización del procedimiento y su simplificación. Resulta de hecho sorprendente que se pueda utilizar una concentración baja de catalizador de transesterificación (a pesar de las enseñanzas de **D1**) y se llegue a buenos resultados en el proceso de transesterificación.

Las ventajas técnicas derivadas del uso de una concentración de catalizador de transesterificación del 1 al 10% en peso son mencionadas en la página 2 de la memoria descriptiva original: simplificación del control de la reacción, mejora de la estabilidad de las soluciones durante el almacenamiento, mejor manejo de la solución en el proceso de producción. Estas ventajas resultan sorprendentes para la persona del oficio normalmente versada en la materia técnica, lo cual demuestra que la materia reivindicada en la nueva reivindicación 1 es inventiva.

En consecuencia, según los lineamientos del artículo 18 y del Instructivo, la nueva reivindicación independiente 1, y su dependiente 2, cumplen con el requisito de nivel inventivo para que le sea conferido el privilegio de patente de invención, toda vez que la persona versada en el arte no estaría motivada a

partir de las enseñanzas de **D1** y **D2** a suministrar un catalizador bicomponente con un contenido de catalizador de transesterificación en un rango del 1 al 10% en peso, lo cual proporciona un efecto inesperado y sorprendentemente ventajoso.

ANEXOS

- i. Nueva memoria descriptiva y pliego reivindicatorio compuesto por dos (2) reivindicaciones.
- ii. Ejemplos complementarios.

De acuerdo con todo lo expuesto, solicito en forma muy comedida y respetuosa al Sr. Jefe de la División de Nuevas Creaciones se sirva tener en cuenta las manifestaciones y documentos aportados junto con el presente memorial y, de conformidad con ello, se sirva continuar con el trámite de la solicitud de patente de la referencia.

Del señor Jefe de la Dirección de Nuevas Creaciones,



MAURICIO PATIÑO BONNET

C.C. 11.342.699 de Zipaquirá

T.P. 73583 del C.S. de la J.

Anexo ii. Ejemplos complementarios

Ejemplo 2.1: Transesterificación en una etapa con metanol/etanol catalizada por solución metanólica de metanolato de sodio al 30% (ejemplo comparativo)

300 g de un aceite de colza (índice de acidez = 0,1 mg de KOH/g; 0,05% de agua) se disponen en un recipiente de camisa doble con una mezcla de 28 g de metanol y 28 g de etanol a 60 °C y luego se mezclan bajo agitación con 6,0 g de metanolato de sodio al 30% en metanol (2,0% en peso). La mezcla de reacción se agita luego durante 4 h a temperatura constante (60 °C). Luego se deja la mezcla de reacción en un embudo de separación y se separa la fase superior de biodiesel de la fase inferior de glicerina. La fase cruda superior de biodiesel se lava una vez con 100 g de ácido clorhídrico diluido acuoso y luego dos veces con 100 g de agua destilada a 60 °C por vez y finalmente, se seca durante una hora a 20 mbar y 90 °C. Se obtienen 236 g de un biodiesel con los siguientes parámetros:

15	Glicerina libre:	< 0,01 %
	Monoglicéridos:	1,3 %
	Diglicéridos:	0,53 %
	Triglicéridos:	0,15 %
	FAME/FAEE:	96,9 %

20

Ejemplo 2.2: Transesterificación en una etapa con metanol catalizada por solución metanólica de metanolato de sodio al 30% y solución etanólica de etanolato de potasio al 24% (ejemplo comparativo)

300 g de un aceite de colza (índice de acidez = 0,1 mg de KOH/g; 0,05% de agua) se disponen en un recipiente de camisa doble con 56 g de metanol a 60 °C y luego se mezclan bajo agitación con 3,0 g de metanolato de sodio al 30% en metanol (2,0% en peso) y 5,8 g de etanolato de potasio al 24% en etanol (1,9% en peso). La mezcla de reacción se agita luego durante 4 h a temperatura constante (60 °C). Luego se deja la mezcla de reacción en un embudo de separación y se separa la fase superior de biodiesel de la fase inferior de glicerina. La fase cruda superior de biodiesel se lava una vez con 100 g de ácido clorhídrico diluido acuoso y luego dos veces con 100 g de agua destilada a 60 °C por vez y finalmente, se seca durante una hora a 20 mbar y 90 °C. Se obtienen 292 g de un biodiesel con los siguientes parámetros:

35	Glicerina libre:	< 0,01 %
	Monoglicéridos:	0,64 %
	Diglicéridos:	0,16 %
	Triglicéridos:	<0,1 %
	FAME/FAEE:	98,2 %

Ejemplo 2.3: Transesterificación en una etapa con metanol/etanol catalizada por solución metanólica de metanolato de sodio al 30% y solución etanólica de etanolato de potasio al 24% (ejemplo comparativo)

300 g de un aceite de colza (índice de acidez = 0,1 mg de KOH/g; 0,05% de agua) se disponen en un recipiente de camisa doble con una mezcla de 28 g de metanol y 28 g de etanol a 60 °C y luego se mezclan bajo agitación con 3,0 g de metanolato de sodio al 30% en metanol (2,0% en peso) y 5,8 g de etanolato de potasio al 24% en etanol (1,9% en peso). La mezcla de reacción se agita luego durante 4 h a temperatura constante (60 °C). Luego se deja la mezcla de reacción en un embudo de separación y se separa la fase superior de biodiesel de la fase inferior de glicerina. La fase cruda superior de biodiesel se lava una vez con 100 g de ácido clorhídrico diluido acuoso y luego dos veces con 100 g de agua destilada a 60 °C por vez y finalmente, se seca durante una hora a 20 mbar y 90 °C. Se obtienen 298 g de un biodiesel con los siguientes parámetros:

15

Glicerina libre:	< 0,01 %
Monoglicéridos:	1,40 %
Diglicéridos:	0,57 %
Triglicéridos:	<0,1 %
FAME/FAEE:	86,2 %

20

Ejemplo 4.1: Transesterificación en una etapa según la invención – solución metanólica-etanólica de metanolato de sodio

300 g de un aceite de colza (índice de acidez = 0,1 mg de KOH/g; 0,05% de agua) se mezclan en un recipiente de camisa doble con 62 g de una solución metanólica-etanólica (50:50) al 2,9% de metanolato de sodio a 60 °C y luego se agitan durante 4 h a temperatura constante (60 °C). Luego se deja la mezcla de reacción en un embudo de separación y la fase superior de biodiesel se separa de la fase inferior de glicerina. La fase superior de biodiesel crudo se lava una vez con 100 g de ácido clorhídrico diluido acuoso y luego dos veces con 100 g de agua destilada a 60 °C por vez y finalmente se seca durante una hora a 20 mbar y 90 °C. Se obtienen 297 g de un biodiesel con los siguientes parámetros:

35

Glicerina libre:	< 0,01 %
Monoglicéridos:	1,20 %
Diglicéridos:	0,42 %
Triglicéridos:	< 0,1 %
FAME/FAEE:	89,2 %

14

Ejemplo 4.2: Transesterificación en una etapa según la invención – solución metanólica de metanolato de sodio-etanolato de potasio

300 g de un aceite de colza (índice de acidez = 0,1 mg de KOH/g; 0,05% de agua) se mezclan en un recipiente de camisa doble con 62 g de una solución metanólica al 3,7% de metanolato de sodio (1,45% en el total de la disolución) y etanolato de potasio (2,25% en el total de la disolución) a 60 °C y luego se agitan durante 4 h a temperatura constante (60 °C). Luego se deja la mezcla de reacción en un embudo de separación y la fase superior de biodiesel se separa de la fase inferior de glicerina. La fase superior de biodiesel crudo se lava una vez con 100 g de ácido clorhídrico diluido acuoso y luego dos veces con 100 g de agua destilada a 60 °C por vez y finalmente se seca durante una hora a 20 mbar y 90 °C. Se obtienen 292 g de un biodiesel con los siguientes parámetros:

	Glicerina libre:	< 0,01 %
15	Monoglicéridos:	0,67 %
	Diglicéridos:	0,25 %
	Triglicéridos	< 0,1 %
	FAME/FAEE:	97,3 %

Ejemplo 4.3: Transesterificación en una etapa según la invención – solución metanólica-etanólica de metanolato de sodio-etanolato de potasio

300 g de un aceite de colza (índice de acidez = 0,1 mg de KOH/g; 0,05% de agua) se mezclan en un recipiente de camisa doble con 62 g de una solución metanólica-etanólica (50:50) al 3,7% de metanolato de sodio (1,45% en el total de la disolución) y etanolato de potasio (2,25% en el total de la disolución) a 60 °C y luego se agitan durante 4 h a temperatura constante (60 °C). Luego se deja la mezcla de reacción en un embudo de separación y la fase superior de biodiesel se separa de la fase inferior de glicerina. La fase superior de biodiesel crudo se lava una vez con 100 g de ácido clorhídrico diluido acuoso y luego dos veces con 100 g de agua destilada a 60 °C por vez y finalmente se seca durante una hora a 20 mbar y 90 °C. Se obtienen 238 g de un biodiesel con los siguientes parámetros:

	Glicerina libre:	< 0,01 %
	Monoglicéridos:	1,40 %
35	Diglicéridos:	0,86 %
	Triglicéridos	0,17 %
	FAME/FAEE:	86,8 %

15

Ejemplos complementarios 2.1 y 4.1

Los ejemplos 2.1 y 4.1 son una repetición de la transesterificación en una etapa descrita en el ejemplo 2 (comparativo) y 4 (de acuerdo con la invención) respectivamente de la memoria descriptiva original, pero usando 56 g de una mezcla 1:1 de metanol y etanol en lugar de 56 g de metanol (y ningún alcohol adicional), como en los ejemplos originales mencionados.

En particular, el ejemplo comparativo 2.1 corresponde al ejemplo comparativo 2 de la memoria original, pero utilizando una mezcla 1:1 de metanol y etanol y metanolato de sodio al 30% en peso como catalizador.

Por su parte, el ejemplo comparativo 4.1 corresponde al ejemplo inventivo 4 de la memoria original, pero utilizando una mezcla 1:1 de metanol y etanol y metanolato de sodio al 2.9% en peso como catalizador.

Ejemplos complementarios 2.2 y 4.2

Los ejemplos 2.2 y 4.2 son una repetición de la transesterificación en una etapa descrita en el ejemplo 2 (comparativo) y 4 (de acuerdo con la invención) respectivamente de la memoria descriptiva original, pero usando una mezcla de metanolato de sodio y etanolato de potasio a sus respectivas concentraciones como catalizadores de transesterificación en lugar de utilizar solamente metanolato de sodio como catalizador de transesterificación, como en los ejemplos originales mencionados.

En particular, el ejemplo comparativo 2.2 corresponde al ejemplo comparativo 2 de la memoria original, pero utilizando metanolato de sodio al 30% en peso junto con etanolato de potasio al 24% en peso como catalizador.

Por su parte, el ejemplo comparativo 4.2 corresponde al ejemplo inventivo 4 de la memoria original, pero utilizando metanolato de sodio / etanolato de potasio al 3.7% en peso como catalizador.

Ejemplos complementarios 2.3 y 4.3

Los ejemplos 2.3 y 4.3 son una repetición de la transesterificación en una etapa descrita en el ejemplo 2 (comparativo) y 4 (de acuerdo con la invención) respectivamente de la memoria descriptiva original, pero usando una mezcla de metanolato de sodio y etanolato de potasio a sus respectivas concentraciones como

catalizadores de transesterificación en lugar de utilizar solamente metanolato de sodio como catalizador de transesterificación, como en los ejemplos originales mencionados, y usando 56 g de una mezcla 1:1 de metanol y etanol en lugar de 56 g de metanol (y ningún alcohol adicional), como en los ejemplos originales mencionados.

5

En particular, el ejemplo comparativo 2.3 corresponde al ejemplo comparativo 2 de la memoria original, pero utilizando metanolato de sodio al 30% en peso junto con etanolato de potasio al 24% en peso como catalizador y una mezcla 1:1 de metanol y etanol.

10

Por su parte, el ejemplo comparativo 4.3 corresponde al ejemplo inventivo 4 de la memoria original, pero utilizando metanolato de sodio / etanolato de potasio al 3.7% en peso como catalizador y una mezcla 1:1 de metanol y etanol.

15

Resultados

En los ejemplos complementarios 2.1, 2.2, 2.3, 4.1, 4.2 y 4.3 también se da el dato de la cantidad de ésteres de metilo de ácidos grasos (FAME) y ésteres de etilo de ácidos grasos (FAEE) obtenidos tras la reacción de transesterificación:

20

Ejemplo	FAME/FAEE
2.1	96.9 %
2.2	98.2 %
2.3	86.2 %
4.1	89.2 %
4.2	97.3 %
4.3	86.8 %

SISTEMA CATALIZADOR PARA LA PREPARACIÓN DE BIODIESEL

La presente invención se refiere al uso de un sistema catalizador que comprende un catalizador de transesterificación, seleccionado del grupo de los alcanolatos de metales alcalinos o alcalinotérreos en uno o varios solventes orgánicos, en donde el contenido del catalizador de transesterificación es del 1 al 10% en peso, respecto del sistema catalizador, para la catálisis de reacciones de transesterificación.

Los ésteres de alquilo de ácidos grasos de alcoholes monovalentes tienen una importante aplicación desde hace algún tiempo como biodiesel, un reemplazo de diesel fósil a base de materias primas renovables.

La preparación de biodiesel se realiza, por lo general, por medio de transesterificación catalizada con base (*The Biodiesel Handbook*, G. Knote, J. van Gerpen, J. Krah, Ed. AOCS Press (2005); *Biodiesel – The comprehensive handbook*, M. Mittelbach, C. Remschmidt (2004); *Bioresource Technology* **2004**, 92, 297; *Applied Energy* **2010**, 87, 1083; *Chimica Oggi/Chemistry today* **2008**, 26).

Los catalizadores usados con mayor frecuencia son metanolato de sodio (NaOMe), hidróxido de sodio (NaOH), metanolato de potasio (KOME) e hidróxido de potasio (KOH). Estos catalizadores se emplean usualmente como catalizadores homogéneos, disueltos en alcohol como, por ejemplo, metanol. Las soluciones de alcanolato presenta contenidos de alcanolato de al menos el 20% en peso, por lo general, alrededor del 30% en peso. Esta concentración de alcanolato es claramente muy alta para la producción de biodiesel. La dosificación de estas soluciones se debe realizar, por ello, de modo muy preciso, lo cual es técnicamente difícil de llevar a cabo. En este caso, las fluctuaciones causadas por el proceso se pueden compensar sólo difícilmente, ya que fluctuaciones relativamente menores se sobrecompensan, por lo general, por adición de la solución de alcanolato porque no se puede añadir de modo suficientemente preciso.

Al usar NaOH como catalizador, la preparación de una solución de catalizador se realiza a menudo a partir del sólido y un solvente, lo cual implica un gasto adicional y es más difícil de hacer reaccionar.

Por ello, era objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento simplificado para la transesterificación de glicéridos con alcoholes monovalentes.

El presente objeto se soluciona en el marco de la presente invención por el hecho de que el sistema catalizador contiene la cantidad completa del alcanolato y del alcohol monovalente que se hace reaccionar químicamente. De esta forma, se simplifica claramente el control de la reacción, lo cual mejora el proceso en general. Además, se reduce el gasto para el fabricante de biodiesel, porque previamente no ha de realizarse una posible adaptación del sistema catalizador de antemano. El sistema catalizador de la presente invención se puede emplear sin ulterior modificación directamente en la reacción de transesterificación.

Al usar el sistema catalizador según la invención, el fabricante de biodiesel debe emplear aún dos líquidos para la producción de biodiesel, a saber, el aceite por usar y el sistema catalizador, mientras que en los procedimientos existentes, se han de usar al menos tres líquidos (aceite, MeOH y solución de alcanolato muy concentrada). Esto lleva a una simplificación operativa, aparecen menos fuentes de error y se requieren menos tanques de almacenamiento, lo cual lleva a una reducción de los costos de producción e inversión.

Además, se deben almacenar soluciones de alcanolato de mayor concentración, por ejemplo, de metilato de sodio, a más de 10 °C, ya que, caso contrario, el metilato de sodio se cristaliza y, de esta manera, ya no se puede dosificar la cantidad de catalizador correcta en la reacción de biodiesel. Esto lleva a fluctuaciones de producción, es decir, la reacción se lentifica debido a concentraciones de catalizador demasiado bajas. Este no es el caso en los sistemas catalizadores de la invención.

Conforme a ello, un primer objeto de la presente invención es el uso de un sistema catalizador que comprende un catalizador de transesterificación, seleccionado del grupo de los alcanolatos de metales alcalinos o alcalinotérreos en uno o varios solventes orgánicos, en donde el contenido del catalizador de transesterificación es del 1 al 10% en peso, respecto del sistema catalizador, para la catálisis de reacciones de transesterificación.

El sistema catalizador empleado según la invención presenta dos componentes, el catalizador de transesterificación y uno o varios solventes orgánicos.

El catalizador de transesterificación es responsable de la transesterificación propiamente dicha y está seleccionado del grupo de los alcanolatos de metales alcalinos o alcalinotérreos. Los catalizadores de

transesterificación preferidos son metanolato de sodio, metanolato de potasio, etanolato de sodio, etanolato de potasio y/o mezclas de ellos. Se prefieren muy especialmente metanolato de sodio o metanolato de potasio como catalizadores de transesterificación.

- 5 Con preferencia, en el caso de los uno o varios solventes se trata de alcoholes, con preferencia metanol y/o etanol. Con preferencia muy especial, el alcohol empleado equivale al alcanolato usado. Así se usa en especial metanolato de sodio en metanol o metanolato de potasio en metanol como sistema catalizador. Básicamente, también se puede pensar en el uso de otros
10 solventes, pero los alcoholes dieron resultados particularmente ventajosos.

- El contenido de catalizador de transesterificación es del 1 al 10% en peso, con preferencia del 2 – 6% en peso, respecto del sistema catalizador. En particular, el rango especialmente seleccionado para el contenido de catalizador de transesterificación asegura los efectos ventajosos de la presente invención.
15 De esta manera, se evitan las desventajas de sistemas catalizadores conocidos, en especial se simplifica claramente la realización del proceso.

- Los sistemas catalizadores mencionados son apropiados para usar en las reacciones de transesterificación, en donde básicamente no hay restricciones respecto del tipo de reacción de transesterificación. Por reacción
20 de transesterificación en el sentido de la presente invención se entiende una reacción en la que se hacen reaccionar un éster de educto y un alcohol en presencia del sistema catalizador entre sí, de modo que el alcohol reacciona con el ácido del éster de educto para dar un nuevo producto éster correspondiente. El éster usado se separa y el ácido así liberado se esterifica
25 con el alcohol añadido.

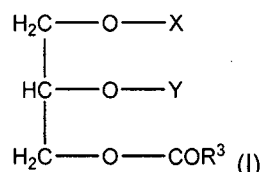
- Con preferencia, el sistema catalizador se usa para la preparación de ésteres de alquilo de ácidos grasos por transesterificación de mono-, di- o triglicéridos. En este caso, se convierten mono-, di- o triglicéridos en los correspondientes ésteres de alquilo de ácidos grasos y, al mismo tiempo, se
30 obtiene glicerina libre.

- Conforme a ello, otro objeto de la presente invención es un procedimiento para la preparación de ésteres de alquilo de ácidos grasos, que comprende la transesterificación de al menos un mono-, di- o triglicérido en presencia de al menos un alcohol monovalente, en donde se usa un sistema
35 catalizador que comprende un catalizador de transesterificación, seleccionado del grupo de los alcanolatos de metales alcalinos o alcalinotérreos en uno o

varios solventes orgánicos, en donde el contenido del catalizador de transesterificación es del 1 al 10% en peso, respecto del sistema catalizador, para catálisis.

Los sistemas catalizadores usados ya se han mencionado.

- 5 Las sustancias de partida para el procedimiento según la invención son mono-, di- y triglicéridos de la fórmula general (I)



- 10 en donde $\text{X} = \text{COR}^1$ o H , $\text{Y} = \text{COR}^2$ o H y R^1 , R^2 y R^3 , que pueden ser iguales o diferentes, son grupos hidrocarbonados alifáticos con 3 a 23 átomos de C, en donde estos grupos pueden estar eventualmente sustituidos con un grupo OH o cualquier mezcla de tales glicéridos.

- 15 Así, en los glicéridos según la fórmula (I), uno o dos ésteres de ácidos grasos pueden estar reemplazados por hidrógeno. Los ésteres de ácidos grasos $\text{R}^1\text{CO}-$, $\text{R}^2\text{CO}-$ y $\text{R}^3\text{CO}-$ se derivan de ácidos grasos con 3 a 23 átomos de carbono en la cadena de alquilo. R^1 y R^2 o R^1 , R^2 y R^3 pueden ser iguales o diferentes en la fórmula antes mencionada cuando se trata de di- o triglicéridos. Los radicales R^1 , R^2 y R^3 pertenecen a los siguientes grupos:

- 20 a) radicales de alquilo, que pueden estar ramificados, pero preferentemente son de cadena lineal y tienen 3 a 23, con preferencia 7 a 23 átomos de C.
b) radicales hidrocarbonados alifáticos olefinicamente insaturado, que pueden ser ramificados, pero con preferencia son de cadena lineal, y contienen 3 a 23, con preferencia 11 a 21 y en especial 15 a 21 átomos de C y 1 a 6, con preferencia 1 a 3 enlaces dobles, que pueden estar conjugados o aislados;
25 c) radicales sustituidos con monohidroxi del tipo a) y b), con preferencia radicales de olefinas insaturadas que poseen 1 a 3 enlaces dobles, en especial el radical del ácido ricinólicos.

- 30 Los radicales de acilo $\text{R}^1\text{CO}-$, $\text{R}^2\text{CO}-$ y $\text{R}^3\text{CO}-$ de tales glicéridos que son apropiados como materiales de partida para el procedimiento de la presente invención, se derivan de los siguientes grupos de ácidos carboxílicos alifáticos (ácidos grasos):

- a) ácidos alcanóicos o sus derivados ramificados con alquilo, en especial ramificados con metilo, que poseen 3 a 24 átomos de carbono tales como, por

ejemplo, ácido butírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido heptanoico, ácido caprílico, ácido pelargónico, ácido cáprico, ácido undecanoico, ácido láurico, ácido tridecanoico, ácido mirístico, ácido pentadecanoico, ácido palmítico, ácido margárico, ácido esteárico, ácido nonadecanoico, ácido araquídico, ácido

5 behénico, ácido lignocérico, ácido 2-metilbutanoico, ácido isobutírico, ácido isovalérico, ácido piválico, ácido isocaproico, ácido 2-etilcaproico, los ácidos metilcápricos isoméricas posicionales, ácidos metal-láuricos y ácidos metilesteáricos, ácido 12-hexilesteárico, ácido isoesteárico o ácido 3,3-dimetilesteárico.

- 10 b) ácidos alquenoicos, ácidos alcadienoicos, ácidos alcatrinoicos, ácidos alcatetraenoicos, ácidos alcapentanoicos y ácidos alcahexanoicos, y sus derivados ramificados con alquilo, específicamente ramificados con metilo, que tienen 3 a 24 átomos de carbono tales como, por ejemplo, ácido crotónico, ácido isocrotónico, ácido caproleico, ácido 3-lauroleico, ácido miristoleico, ácido
- 15 palmitoleico, ácido oleico, ácido elaídico, ácido erúxico, ácido brasídico, ácido 2,4-decadienoico, ácido linoleico, ácido 11,14-eicosadienoico, ácido eleosteárico, ácido linolénico, ácido pseudoeleoesteárico, ácido araquidónico, ácido 4,8,12,15,18,21-tetracosahexanoico o ácido trans-2-metil-2-butenico.

- c₁) ácidos monohidroxialcanoicos que tienen 3 a 24 átomos de carbono, con
- 20 preferencia 12 a 24 átomos de carbono, con preferencia no ramificados tales como, por ejemplo, ácido hidroxibutírico, ácido hidroxivalérico, ácido hidroxicaproico, ácido 2-hidroxidodecanoico, ácido 2-hidroxitradecanoico, ácido 15-hidroxipentadecanoico, ácido 16-hidroxihexadecanoico, ácido hidroxiocadecanoico.

- 25 c₂) Además, ácidos monohidroxialquenoicos con 3 a 24, con preferencia con 12 a 22 y en especial con 16 a 22 átomos de C (con preferencia, no ramificados) y con 1 a 6, con preferencia con 1 a 3 y en especial con un enlace doble etilénico como, por ejemplo, ácido ricinoleico o ácido ricinelaídico.

- Las sustancias de partida preferidas para el procedimiento según la
- 30 invención son, sobre todo, las grasas naturales, que representan mezclas de predominantemente triglicéridos y pequeñas fracciones de diglicéridos y/o monoglicéridos, en donde también estos glicéridos representan en su mayoría, a su vez, mezclas y contienen distintos radicales de ácidos grasos en el rango antes mencionado, en especial aquellos con 8 y más átomos de C. A modo de
- 35 ejemplo, se han de mencionar grasas vegetales tales como aceite de oliva, grasa de coco, grasa de almendra de palma, aceite de bambú, aceite de palma,

aceite de maní, aceite de colza, aceite de ricino, aceite de sésamo, aceite de algodón, aceite de jatrofa, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de cáñamo, aceite de amapola, aceite de palta, aceite de semillas de algodón, aceite de germen de trigo, aceite de germen de maíz, aceite de semilla de calabaza, aceite de semilla de uva, manteca de cacao o también sebos vegetales, además grasas animales tales como sebo vacuno, grasa de cerdo, grasa ósea, sebo de cordero, sebo japonés, sebo de ballena y otros aceites de pescado, así como aceite de hígado de bacalao. Asimismo se pueden usar también tri-, di- y monoglicéridos uniformes, a menos que se hayan aislado de grasas naturales o se hayan obtenido por vía de síntesis. Aquí se han de mencionar, por ejemplo: tributirina, tricaprónina, tricaprilina, tricaprínina, trilaurina, trimiristina, tripalmitina, triestearina, trioleína, trielaidina, trilinoliína, trilinolenina, monopalmitina, monoestearina, monooleína, monocaprínina, monolaurina, monomiristina o glicéridos mixtos tales como, por ejemplo, palmitodiestearina, distearooleína, dipalmitooleína o mMiristopalmitoestearina.

Por alcoholes monovalentes en el sentido de la presente invención se entienden alcoholes con sólo un grupo OH. Los ejemplos de alcoholes monovalentes son metanol, etanol, n-propanol, iso-propanol y n-butanol, iso-butanol, sec-butanol o ter-butanol, así como alcoholes ramificados o de cadena larga, eventualmente también alcoholes ramificados tales como, por ejemplo, alcohol amílico, alcohol ter-amílico, n-hexanol y/o 2-etilhexanol. Se usan con preferencia metanol y etanol. Los alcoholes mencionados se pueden usar solos o en mezclas en el procedimiento según la invención.

La concentración del catalizador de transesterificación es del 0,001 – 20% en peso, con preferencia del 0,01 – 5% en peso y con preferencia especial, del 0,1 – 2% en peso, respecto de la cantidad empleada de mono-, di- o triglicérido.

El procedimiento según la invención se puede llevar a cabo de acuerdo con todas formas conocidas por el especialista. Al realizar el procedimiento según la invención, se agita preferentemente la mezcla de reacción. La mezcladura intensiva preferida de la mezcla de reacción también se puede lograr por medio de otros métodos comunes para el experto.

El tiempo de reacción puede ser de hasta cuatro horas, con preferencia se elige un rango de 1 a 120 minutos. En este caso, se alcanzan grados de conversión de al menos el 98 %, con preferencia al menos el 99%. El grado de conversión de la reacción se refiere a la fracción de glicéridos aún existente al

final o al interrumpir la reacción (= suma de tri-, di- y monoglicéridos) respecto del contenido inicial de estos componentes en el aceite o grasa empleados. El grado de conversión se puede determinar de manera simple por cromatografía gaseosa y se calcula a partir de los contenidos de ésteres alquílicos dividido por el total de los contenidos de ésteres alquílicos más glicéridos.

Los ésteres de alquilo de ácidos grasos asequibles según el procedimiento de la invención se pueden usar como biodiesel. De acuerdo con la especificación DIN EN 14214, el biodiesel puede contener como máximo el 0,2% de triglicéridos según el procedimiento de ensayo PR EN 14105. En el caso de los procedimientos de transesterificación convencionales que emplean cantidades equimolares de NaOH, se logran grados de conversión en el orden de la magnitud > 99,8% recién después de un tiempo prolongado.

El procedimiento según la invención se puede llevar a cabo en lotes o de forma continua (por ejemplo, en un reactor tubular, caldera de agitación, cascada de calderas de agitación, u otros procedimientos conocidos por el especialista).

El procedimiento se puede realizar tanto en una etapa como también en varias etapas, con preferencia se realiza un procedimiento en dos etapas.

Con preferencia, en el procedimiento según la invención, se ajusta una relación molar (alcohol monovalente: mono-, di-, triglicérido) en el rango de 3:1 a 20:1. Se prefiere muy particularmente en este caso una relación de 4 : 1 a 8 : 1.

La transesterificación se lleva a cabo en un rango de temperaturas de 0 – 200 °C, con preferencia a 10 – 100 °C y con preferencia especial a 20 – 80 °C.

En este caso, la transesterificación se lleva a cabo en un rango de presiones de 0,1 – 100 bar, con preferencia a 0,5 – 50 bar y con preferencia muy especial, a 1 – 5 bar.

El sistema catalizador se mezcla con el mono-, di- o triglicérido y eventualmente con alcohol monovalente adicional, en donde el alcohol monovalente se consume y la glicerina se libera. Es esencial que todo el sistema catalizador, es decir, el catalizador de transesterificación y el alcohol por usar preferentemente esté presente como mezcla al inicio de la reacción de transesterificación.

La mezcla de reacción se puede elaborar de distinta manera. Después de haber realizado la transesterificación hasta el grado de conversión deseado, con preferencia hasta el 98% o más, se forman, por lo general, una fase de

éster de alquilo de ácidos grasos y una fase de glicerina que pueden ser separadas con facilidad por el experto por medio de etapas de procedimiento conocidas como, por ejemplo, decantación. Mediante el sistema catalizador según la invención, se acelera la separación de las fases, lo cual facilita esencialmente la elaboración.

Otro objeto de la invención es el uso de los ésteres de alquilo de ácidos grasos asequibles según el procedimiento como constituyente de biodiesel (por ejemplo, según la especificación DIN EN 14214).

También sin otras ejecuciones, se parte de la base de que un experto puede aprovechar la descripción anterior en el sentido más amplio. Las formas de realización y los ejemplos preferidos han de concebirse por ello únicamente como revelación descriptiva pero de ningún modo como revelación limitativa.

A continuación, se explica la presente invención con mayor detalle por medio de ejemplos. Se pueden obtener formas de realización alternativas de la presente invención de manera análoga.

Ejemplos:

Ejemplo 1: transesterificación en dos etapas con solución metanólica de metanolato de sodio al 30% (ejemplo comparativo)

300 g de un aceite de colza (índice de acidez = 0,1 mg de KOH/g; 0,05% de agua) se disponen en la primera etapa en un recipiente de camisa doble con 30 g de metanol a 60 °C y luego se mezclan bajo agitación con 4,2 g de metanolato de sodio al 30% en metanol (1,4% en peso). La mezcla de reacción se agita luego durante 2 h a temperatura constante (60 °C). Luego se deja la mezcla de reacción en un embudo de separación y se separa la fase superior de biodiesel de la fase inferior de glicerina. La fase de biodiesel se vuelve a pasar al recipiente de camisa doble, se mezcla con 10 g de MeOH y luego se mezcla con 1,8 g de solución metanólica de metanolato de sodio al 30% (0,6% de solución metanólica de metanolato de sodio al 30%; solución metanólica de metanolato de sodio al 30%_{total} = 2,0%). A continuación, se agita la mezcla de reacción durante 2 h a 60 °C, a fin de separar luego o nuevamente las fases entre sí en el embudo de separación. La fase cruda superior de biodiesel se lava una vez con 100 g de ácido clorhídrico diluido acuoso y luego dos veces con 100 g de agua destilada a 60 °C por vez y finalmente, se seca durante una hora a 20 mbar y 90 °C. Se obtienen 297 g de un biodiesel según especificación de acuerdo con EN 14214 con los siguientes parámetros:

Glicerina libre: < 0,01 %

Monoglicéridos:	0,42 %
Diglicéridos:	0,13 %
Triglicéridos:	< 0,1 %
FAME:	98,7 %

5 **Ejemplo 2: transesterificación en una etapa con solución metanólica de metanolato de sodio al 30% (ejemplo comparativo)**

300 g de un aceite de colza (índice de acidez = 0,1 mg de KOH/g; 0,05% de agua) se disponen en un recipiente de camisa doble con 56 g de metanol a 60 °C y luego se mezclan bajo agitación con 6,0 g de metanolato de sodio al 30% en metanol (2,0% en peso). La mezcla de reacción se agita luego durante 4 h a temperatura constante (60 °C). Luego se deja la mezcla de reacción en un embudo de separación y se separa la fase superior de biodiesel de la fase inferior de glicerina. La fase cruda superior de biodiesel se lava una vez con 100 g de ácido clorhídrico diluido acuoso y luego dos veces con 100 g de agua destilada a 60 °C por vez y finalmente, se seca durante una hora a 20 mbar y 90 °C. Se obtienen 292 g de un biodiesel según especificación de acuerdo con EN 14214 con los siguientes parámetros:

Glicerina libre:	< 0,01 %
Monoglicéridos:	0,65 %
Diglicéridos:	0,18 %
Triglicéridos:	< 0,1 %
FAME:	97,4 %

Ejemplo 3: transesterificación en dos etapas siguiente

300 g de un aceite de colza (índice de acidez = 0,1 mg de KOH/g; 0,05% de agua) se disponen en una primera etapa en un recipiente de camisa doble con 34,2 g de una solución metanólica de metanolato de sodio al 3,7% a 60 °C. La mezcla de reacción se agita luego durante 2 h a temperatura constante (60 °C). Luego se deja la mezcla de reacción en un embudo de separación y la fase superior de biodiesel se separa de la fase inferior de glicerina. La fase de biodiesel se pasa nuevamente al recipiente de camisa doble y se mezcla con 11,8 g de una solución metanólica al 3,7% de metanolato de sodio a 60 °C. Luego se agita la mezcla de reacción durante 2 h a 60 °C, para luego separar nuevamente las fases entre sí en el embudo de separación. La fase superior de biodiesel crudo se lava una vez con 100 g de ácido clorhídrico diluido acuoso y luego dos veces con 100 g de agua destilada a 60 °C por vez y finalmente se seca durante una hora a 20 mbar y 90 °C. Se obtienen 295 g de un biodiesel

según especificación de acuerdo con EN 14214 con los siguientes parámetros:

	Glicerina libre:	< 0,01 %
	Monoglicéridos:	0,58 %
	Diglicéridos:	0,17 %
5	Triglicéridos	0,1 %
	FAME:	98,1 %

Ejemplo 4: transesterificación en una etapa según la invención

300 g de un aceite de colza (índice de acidez = 0,1 mg de KOH/g; 0,05% de agua) se mezclan en un recipiente de camisa doble con 62 g de una solución metanólica al 2,9% de metanolato de sodio a 60 °C y luego se agitan durante 4 h a temperatura constante (60 °C). Luego se deja la mezcla de reacción en un embudo de separación y la fase superior de biodiesel se separa de la fase inferior de glicerina. La fase superior de biodiesel crudo se lava una vez con 100 g de ácido clorhídrico diluido acuoso y luego dos veces con 100 g de agua destilada a 60 °C por vez y finalmente se seca durante una hora a 20 mbar y 90 °C. Se obtienen 296 g de un biodiesel según especificación de acuerdo con EN 14214 con los siguientes parámetros:

	Glicerina libre:	< 0,01 %
	Monoglicéridos:	0,52 %
20	Diglicéridos:	0,15 %
	Triglicéridos	< 0,1 %
	FAME:	98,5 %

Los ejemplos previamente mencionados muestran que con el sistema catalizador se puede simplificar la preparación de biodiesel, porque se prescinde de la adición necesaria de solvente en los procedimientos habituales, sin que aparezcan restricciones respecto de la calidad del biodiesel. En especial en la transesterificación en dos etapas, se notan las ventajas del sistema catalizador según la invención, ya que en cada etapa posterior tampoco es necesaria la mezcla de solvente adicional requerida de otro modo.

30

25

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de ésteres de alquilo de ácidos grasos donde los radicales acilo derivan de ácidos grasos que tienen de 3 a 23 átomos de carbono en la cadena alquílica, caracterizado porque comprende la transesterificación de un mono-, di- o triglicérido, o mezclas de los mismos, con un alcohol monovalente seleccionado del grupo de metanol, etanol, n-propanol, iso-propanol, n-butanol, iso-butanol, sec-butanol, alcohol amílico, n-hexanol y/o 2-etilhexanol, o mezclas de los mismos, en presencia de un catalizador bicomponente que comprende:
- a) un catalizador de transesterificación seleccionado de metanolato de sodio, metanolato de potasio, etanolato de sodio, etanolato de potasio o mezclas de los mismos, y
 - b) un solvente orgánico seleccionado de metanol, etanol o mezclas de los mismos;
- en donde el contenido del catalizador de transesterificación es del 1 al 10% en peso, y donde la transesterificación se lleva a cabo dentro de un rango de temperaturas de 0 a 200 °C y dentro de un rango de presión de 1 a 5 bar.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la concentración del catalizador de transesterificación es del 0,001 – 20% en peso, respecto de la cantidad usada de mono-, di- o triglicéridos.

25

RESUMEN

La presente invención se refiere al uso de un sistema catalizador que comprende un catalizador de transesterificación, seleccionado del grupo de los
5 alcanolatos de metales alcalinos o alcalinotérreos en uno o varios solventes orgánicos, en donde el contenido del catalizador de transesterificación es del 1 al 10% en peso, respecto del sistema catalizador, para la catálisis de reacciones de transesterificación.

10