



UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

DIRECCIÓN JURÍDICA NACIONAL

DJN-T-795-2015

Bogotá D. C., 17 de julio de 2015

Señores
DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
Delegatura para la Propiedad Industrial
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
Carrera 13 no. 27-00
Bogotá.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-016083- -00009-0000

Fecha: 2015-07-17 11:13:32 Dep: 2020 DIR NUEVASCR
Tra: 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act: 523 RESPUESTA Folios: 20

Asunto: Radicado 13- 16083

Reperto No. 114 de 2012 - Respuesta oficio requerimiento de la Superintendencia de Industria y Comercio, a propósito de la solicitud de registro de la patente de invención: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE ALQUIL ÉSTERES DE ÁCIDOS GRASOS EMPLEANDO UN REACTOR DE PELÍCULA LÍQUIDA OPERADO EN CONTRA CORRIENTE".

Respetados Señores:

En atención al requerimiento notificado por fijación en lista el día 28 de abril de 2015, respetuosamente envío respuesta a las observaciones realizadas a la patente "*procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos empleando un reactor de película líquida operado en contra corriente*" anexando la descripción, el capítulo reivindicatorio y las figuras modificadas, con el fin de continuar el trámite de la solicitud radicada bajo el número 13-16083, así mismo, recibo de consignación de consignación por el valor de treinta y dos mil pesos (\$32.000.00), correspondiente a la reivindicación adicional.

Agradecemos de antemano su atención.

Cordialmente,

Laura Marcela Manzano Jiménez
Abogada- Dirección Jurídica Nacional
C.C. 1.091.666.812 de Ocaña, Norte de Santander
T.P. 248.536

Anexo: Oficio de respuesta en tres (3) folios.
Documento de patente ajustado según requerimiento en catorce (14) folios.
Recibo de consignación.

Fecha de impresión: 17 de julio de 2015
Preparó: Laura Marcela Manzano Jiménez - Abogada
Revisó: Roosevelt Castrillón Valdés - Jefe de Grupo
Archivo: Reparto 114 de 2012

Carrera 45 No. 26 - 85, EDIFICIO URIEL GUTIERREZ, Piso 5º, Oficina 515
Telefax: (57-1) 316 50 75 Conmutador: (57-1) 316 5000 Ext. 18167 Fax: 18167

Correo electrónico: dirjn_nal@unal.edu.co • Buzón de notificaciones: notificaciones_juridica_nal@unal.edu.co
Bogotá, Colombia, Suramérica



UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

DIRECCIÓN JURÍDICA NACIONAL

Señores
DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
 Delegatura para la Propiedad Industrial
 SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
 Carrera 13 no. 27-00
 Bogotá.

Asunto: Radicado 13- 16083

Reperto No. 114 de 2012 - Respuesta oficio requerimiento No. 4195, notificado por fijación en lista el 28 de abril de 2015, a propósito de la solicitud de registro de la patente de invención: **"PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE ALQUIL ÉSTERES DE ÁCIDOS GRASOS EMPLEANDO UN REACTOR DE PELÍCULA LÍQUIDA OPERADO EN CONTRA CORRIENTE"**.

Respetados señores:

LAURA MARCELA MANZANO JIMÉNEZ, mayor de edad y domiciliada en la ciudad de Bogotá, identificada tal como aparece al pie de mi firma, en mi carácter de apoderada de la UNIVERSIDAD NACIONAL DE BOGOTÁ, me permito manifestar lo siguiente ante el auto emanado por la Superintendencia de Industria y Comercio, dentro del plazo legal previsto en el artículo 45 de la Decisión 486 en los siguientes términos:

2. Objeto de la invención

Se acepta que el objeto de la invención es un procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos empleando un reactor de película líquida operado en contracorriente, de ninguna manera un sistema como se planteó en la descripción inicial, en consecuencia el título de la solicitud deberá ser:

Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos empleando un reactor de película líquida operado en contracorriente.

3. De la solicitud de patente

Se acepta la observación y concordado con que se trata de un procedimiento, nunca de un sistema, las reivindicaciones corresponden puesto que se describe y se reivindica un procedimiento.

Las reivindicaciones se clarifican y ajustan según se señala.

4. Determinación del estado de la técnica

Según se señala, el documento D1 (US4491565) divulga un aparato para el contacto líquido - líquido, en este caso destinado a la extracción de mercaptanos a partir de corrientes de hidrocarburos en un contacto en contracorriente no turbulento con una solución cáustica acuosa. Es innegable la similitud de los equipos usados en el documento D1 y en la descripción en estudio, no obstante, en el propósito al que se dedican y para el cual han sido diseñados, difieren grandemente pues si el reivindicado en D1 busca la extracción líquido-líquido, el procedimiento en estudio se ha calculado para llevar a cabo una reacción química y extracción simultánea con el fin de producir alquil ésteres de ácidos grasos.

De acuerdo con la conversación sostenida con el técnico examinador, esta objeción se origina del reivindicar el procedimiento como un sistema y de incluir en la reivindicación independiente el reactor como parte de los componentes del procedimiento. La recomendación es establecer una reivindicación independiente para el recipiente de la reacción. Así se atendió y se presenta.

El documento D2 (CO7-116822) es una patente otorgada a la Universidad Nacional de Colombia destinada al mismo propósito que la solicitud objeto de estudio, pero que difiere en la forma en que se diseñó el procedimiento y se calculó y aplicó el reactor extractor, porque se trata de un proceso en paralelo, es decir, aquel en que las dos corrientes de reactantes fluyen en la misma dirección y por ello diferente en sus características y resultados al procedimiento en contracorriente. En consecuencia, aunque el documento D2 constituye antecedente, no resta novedad ni nivel inventivo a la solicitud en estudio puesto que no es exactamente el mismo proceso y no presenta resultados idénticos. Precisamente porque es más eficiente el proceso en contracorriente y presenta ventajas notorias respecto al patentado inicialmente, se solicita la patente para el "Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos empleando un reactor de película líquida operado en contracorriente".

5. Examen de patentabilidad.

Novedad

La novedad se juzga respecto al documento D1 que reivindica un equipo para el contacto líquido-líquido, similar en construcción al utilizado en la solicitud en estudio, no obstante, esta solicitud, aunque se tituló inicialmente como sistema, no tiene como objetivo reivindicar un producto sino un procedimiento. Por tanto, no corresponde el análisis de novedad que se realiza y no es válido para restar novedad al procedimiento que se reivindica.

Las características del procedimiento definidas en los literales d, g y h son inherentes al procedimiento descrito, representando para él condiciones de operación a las que es posible recurrir si se desea atender condiciones especiales en el proceso como influir en las condiciones de reacción, o separar corrientes de efluentes ricas en reactivos o en residuos. Aunque se refieren a conductos de acceso o salida del cuerpo del equipo de reacción, son en realidad opciones de operación del procedimiento y por ello totalmente relevantes para el documento.

Nivel inventivo

El nivel inventivo se compara contra el documento D2, el cual se ocupa de un proceso similar pero operado con el flujo de las corrientes reactivas en paralelo. Aunque los elementos tabulados se reducen a comparar las sustancias alimentadas al sistema de reacción, las conclusiones generales sobre la combinación de los documentos D1 y D2 para descalificar la novedad y el nivel inventivo de la solicitud merecen especial consideración.

Tomando prestadas las palabras del examinador técnico, para una persona del oficio normalmente versada en la materia no resulta evidente que cualquier recipiente ofrezca los mismos o mejores resultados si simplemente se ponen en contacto en él los reactantes. Es innegable que la reacción sucederá en una proporción determinada por las condiciones de operación, pero sólo el estudio y análisis de la reacción específica realizada en las condiciones de reacción definidas y controladas darán lugar a nuevos procedimientos y a la posibilidad de mejoras, adaptaciones o sustituciones en los equipos de reacción. Es de esperar que los juicios emitidos con respecto a la solicitud en estudio se deban al hecho de haber definido el procedimiento como un sistema, porque, aún sobre esa base, puede entenderse como la negación de cualquier posibilidad de patente, al menos en el sector de los procesos químicos.

De ser ciertas las observaciones planteadas por el examinador técnico, las reivindicaciones 4 y 5 deberían ser rechazadas por engañosas, pues reclaman la posición de las entradas y salidas del recipiente patentado en D1 para que se alimenten o se retiren los reactivos y los productos demandados en el documento D2. Bien conoce cualquiera persona del oficio normalmente versada en la materia que no es así como se desarrollan procesos, pues si no se determinan las condiciones específicas de la reacción con todas sus variables, no se alcanza un procedimiento que ofrezca la posibilidad de aplicarlo industrialmente con beneficio económico y con el menor

impacto ambiental. Es precisamente el determinar, entre otras, los puntos de alimentación y de salida de reactivos y productos lo que permite definir que se ha alcanzado una creación novedosa y con nivel inventivo, pues ofrece una solución que no existía de manera idéntica, referida al documento D2, con los rendimientos y las condiciones de operación que ofrece.

Realmente, "los aceites de palma y soya son las principales materias primas en las reacciones de transesterificación para producción de biodiesel" y el "metanol y etanol son los principales alcoholes usados" en el mismo proceso, pero la solicitud en estudio no pretende reivindicarlos de manera exclusiva como tampoco se intentó en el documento D2. La solicitud busca proteger un procedimiento que utilizando esas materias primas y apoyado en un reactor ajustado para el proceso determina las condiciones para alcanzar la óptima producción de biodiesel. Es de esperar que este comentario se origine igualmente en el concepto de considerar el procedimiento como un sistema, como originalmente se reivindicó.

Las reivindicaciones 8 a 11 hacen referencia a condiciones específicas de proceso. De la 8 a la 10 se refieren al régimen de flujo en el reactor, el cual debe obedecer en todo momento el rango definido como flujo laminar. Sería posible reemplazar esas reivindicaciones por un rango en números de Reynolds comprendidos dentro del tramo definido como flujo laminar, pero, ante la evidencia generada por el conocimiento del proceso y dados los usos aplicados en la solicitud de patentes, se busca cubrir todo el rango reivindicando números de Reynolds representativos para cada posibilidad de flujo en el procedimiento.

La reivindicación 11 define condiciones de proceso relacionadas con el tiempo de residencia promedio que dura cada una de las corrientes de reactivos en el reactor para alcanzar la máxima conversión posible exigida como requisito de calidad de un biodiesel comercial. Es una reivindicación de proceso que no se vería clara si se considera que se reclama un producto.

Atentamente,


LAURA MARCELA MANZANO JIMÉNEZ
C.C. No. 1.091.666.812 de Ocaña
T.P. 248.536 del C. S. de J.

Anexos:

- Documento de patente ajustado según requerimiento en catorce (14) folios.
- Recibo de consignación.

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE ALQUIL ÉSTERES DE ÁCIDOS GRASOS EMPLEANDO UN REACTOR DE PELÍCULA LÍQUIDA OPERADO EN CONTRACORRIENTE

La presente invención relaciona un procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos utilizando reactores empacados, particularmente reactores de película líquida, con esquema de flujo de las corrientes de alimentación en contracorriente, basado en la alcoholisis de aceites y grasas, específicamente la metanolisis de aceite de palma y de soya.

Antecedentes de la Invención

Los fundamentos de la producción de alquil ésteres de ácidos grasos, específicamente los metil ésteres, fueron desarrollados en la década de 1940 y se describen en un conjunto de patentes de E- I. Du Pont y Colgate Palmolive (Van Gerpen, 2005). Los procesos más usados a nivel mundial emplean catalizadores alcalinos homogéneos, especialmente metóxidos de sodio o potasio, NaOH o KOH, por su alta actividad catalítica y bajo costo (Freedman et al., 1986). Sin embargo, los problemas asociados a la formación de jabones y geles, que dificultan la separación y reducen la productividad, exigen el uso de aceites y grasas con bajos contenidos de ácidos grasos libres y agua (Freedman et al., 1984; Ma y Hanna, 1999; Meher et al., 2006), lo que disminuye la rentabilidad del proceso, afectada en un gran porcentaje por el costo de las materias primas, que constituyen entre el 70% y el 95% de los costos de producción (Zhang et al., 2003).

Para solucionar este inconveniente se han buscado catalizadores ácidos (Loterio, 2005) y básicos heterogéneos (Georgogianni et al., 2009) y enzimas (Li et al., 2007), así como procesos que emplean co-solventes (Boocock, 2003) o cuyas condiciones de operación, temperatura y presión, son supercríticas para el alcohol (Marulanda et al., 2010). Sin embargo, a la fecha, los procesos que emplean catalizadores homogéneos son los más utilizados, a escala industrial, en la producción de biodiésel.

En los procesos que emplean catalizadores alcalinos solubles en el alcohol se usan reactores de tanque agitado para poner en contacto las fases reaccionantes: la fase alcohólica, que es una solución del catalizador en el alcohol, y la fase oleosa, que inicialmente está conformada por el aceite o la grasa. En otros procesos se emplean reactores tubulares con un mezclador estático aguas arriba, y en

condiciones tales que el régimen de flujo sea turbulento, números de Reynolds (Re) superiores a 2,300, aunque para una aplicación segura se recomienda un Re mayor a 10,000, con lo cual se evita la segregación de las fases reaccionantes dentro del reactor (Assmann, 1996).

La sinergia entre la formación de jabones por la reacción entre el catalizador y los ácidos grasos libres, y la agitación requerida para generar área interfacial para la transferencia de masa, genera emulsiones y geles que prolongan los tiempos de residencia en los equipos aguas abajo de los reactores, dificultan las etapas de separación, aumentan la pérdida de productos y la necesidad de reprocesamiento, y disminuyen la productividad (Freedman et al., 1986; Ma y Hanna, 1999, Meher et al., 2006; Demirbas y Karslioglu, 2007). Para solucionar este inconveniente, Narváez y Sánchez (2008) propusieron el empleo de un reactor de película líquida descendente operado en co-corriente. Este tipo de reactor se describe en las US Pat. No. 3,992,156 y US Pat. No. 3,758,404, y se usa para remover impurezas presentes en los hidrocarburos, ácido sulfhídrico y ácidos orgánicos de combustibles, como gasolina, Jet A, queroseno, etc. En estos equipos se genera área interfacial sin dispersar una fase dentro de la otra, lo que reduce el tiempo necesario para la separación de los productos en la alcoholisis de aceites y grasas, y permite la separación simultánea con la reacción.

En general, teniendo en cuenta el carácter reversible de la reacción, se requieren por lo menos dos etapas de reacción con una separación intermedia de las fases ricas en alquil ésteres de ácidos grasos y glicerol, para desplazar la reacción hacia los productos.

En esta invención, el esquema de alimentación de los reactantes y la configuración del reactor, desplaza el equilibrio químico hacia los productos, lo que incrementa el rendimiento hacia ésteres metílicos de ácidos grasos y elimina la necesidad de la separación intermedia y de una segunda etapa de reacción. Lo anterior se traduce en un incremento en la productividad del proceso.

Divulgación de la invención

La presente invención relaciona un procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos por alcoholisis en contracorriente y contiene las siguientes partes:

- a. Consta de un reactor de película líquida descendente (1)¹, que emplea un empaque para la generación de área interfacial.
- b. Consta de una corriente de suministro de aceite o grasa (10) la cual se alimenta al fondo del reactor (11)
- c. Consta de una primera corriente opcional de suministro de una mezcla que contiene alcohol, glicerol y catalizador (20) la cual puede alimentar una etapa intermedia del reactor (21, 22, 23)
- d. Consta de una segunda corriente opcional de suministro de una mezcla que contiene alcohol, glicerol y catalizador (30) en proporciones diferentes a las de la primera corriente (20), la cual puede alimentar una etapa intermedia del reactor (31) o la cima del reactor (32).
- e. Consta de una salida de alquil ésteres de ácidos grasos, alcohol y catalizador por la parte superior del reactor (40).
- f. Consta de una salida por la parte inferior del reactor (50), que contiene glicerol, alcohol y catalizador.
- g. Opcionalmente cuenta con una centrífuga continua (2) en la parte superior del reactor.
- h. Donde la fracción volumétrica de empaque en el reactor se encuentra entre 2 y 75%
- i. Donde la temperatura en el reactor se mantiene en un intervalo entre 25 °C y 180 °C, dependiendo del alcohol que se use.
- j. Donde la relación molar de alcohol a aceite o grasa se encuentra entre 3:1 y 10:1 sumando las corrientes de suministro de alcohol, glicerol y catalizador.
- k. Donde el catalizador puede ser cualquier catalizador básico homogéneo empleado en alcoholísis, como CH_3ONa , CH_3OK , NaOH , KOH , o sus mezclas y se encuentran en un intervalo entre 0,5% y 3% respecto al flujo de aceite.
- l. Donde, al menos una alimentación de alcohol, glicerol y catalizador (21, 22, 23, 31, 32) debe alimentar al reactor a una altura, h, entre 0 y 80% tomada desde la parte superior del reactor, siendo h=0% la cima y h=100% el fondo del reactor.

Las reacciones de alcoholísis para obtener alquil ésteres de ácidos grasos se basan en la reacción de triglicéridos con alcohol que se muestra en la figura 2.

En el reactor se emplean como empaque hilos metálicos de 0,05 a 3 mm de diámetro alineados axialmente, con área de contacto por unidad de volumen de empaque entre 80000 y 1333 m^2 por m^3 de empaque. No obstante lo anterior,

¹ Los números entre paréntesis corresponden a la identificación dada en la Figura 1.

pueden emplearse otros empaques, estructurados o semiestructurados, que permitan un patrón de flujo como el que se describe a continuación. Por otra parte, la fracción volumétrica de empaque puede variar hasta el 75%.

Teniendo en cuenta el material del empaque, la forma en que opera el reactor y el régimen de flujo, una de las fases fluye sobre el empaque y la otra fluye sobre ella sin dispersión. La transferencia de masa se da de la siguiente forma: el alcohol y la especie catalíticamente activa se difunden hacia la fase oleosa en donde ocurre preferencialmente la reacción, aunque también se da en la interfase y en menor extensión en la fase alcohólica. El glicerol formado en la fase oleosa o en la interfase se difunde a la fase alcohólica, mientras que el alquil éster formado en la fase alcohólica o en la interfase se difunde a la fase oleosa. Teniendo en cuenta el carácter reversible de la reacción, el que el glicerol se separe rápidamente de la fase oleosa, en donde ocurre la reacción en mayor extensión, hace que la reacción se desplace hacia los productos, eliminando la necesidad de una nueva etapa de reacción.

La conversión y el rendimiento del reactor de película líquida operado en contracorriente, en una sola etapa de reacción, son superiores al 99,7% y al 99,9%, respectivamente. La separación de las fases efluentes del reactor, comúnmente realizada por decantación, se elimina ya que la mayor parte de ella se da simultáneamente con la reacción, lo cual incrementa la productividad del proceso; ésta, es del orden de $1,8 \text{ m}^3$ de alquil ésteres por hora por m^3 de reactor.

Descripción de las Figuras

La figura 1 relaciona una forma preferida del diseño propuesto:

El reactor se identifica como 1.

Las bombas necesarias para el proceso se señalan como 4, 5 y 6.

La alimentación de aceite se indica como 10. La entrada de aceite al reactor corresponde a la corriente 11.

La corriente 20 corresponde a una mezcla de alcohol, glicerol y catalizador, que se alimenta en la zona intermedia del reactor 1 en las corrientes 21, 22 y 23. La corriente 20 siempre estará y se alimentará preferiblemente a una altura h entre 0% y 80% medida desde la parte superior del reactor. De esta forma $h=0\%$ corresponde a la parte superior del reactor 1 y $h=100\%$ al fondo del mismo.

La corriente 30, que es opcional, es una mezcla de alcohol, glicerol y catalizador, que se alimenta en la zona intermedia del reactor 1, en una o las dos corrientes 31 y 32.

La mezcla de alquil ésteres de ácidos grasos, alcohol y catalizador se retira del reactor en la corriente 40 o puede o puede someterse a una separación adicional en la centrífuga 2, equipo del que se obtiene una corriente rica en alquil ésteres de ácidos grasos (43) y una que contiene el glicerol remanente (42).

El reactor tiene una salida por la parte inferior, donde se extrae una corriente (50) que contiene glicerol, alcohol y catalizador. En cualquier caso puede emplearse la centrífuga 3 que permite una separación adicional de la fase rica en alquil ésteres de ácidos grasos (51) que haya sido arrastrada por la fase rica en glicerol (52).

La figura 2 presenta la reacción de alcoholólisis de triglicéridos.

La figura 3 relaciona un ejemplo de la aplicación del procedimiento de reacción. Los datos corresponden al ensayo experimental 1CC, cuyas condiciones se definen en la tabla 1.

La figura 4 relaciona un ejemplo de la aplicación del procedimiento de reacción. Los datos corresponden al ensayo experimental 2CC, cuyas condiciones se definen en la tabla 1.

La figura 5 relaciona un ejemplo de la aplicación del procedimiento de reacción. Los datos corresponden al ensayo experimental 3CC, cuyas condiciones se definen en la tabla 1.

Ejemplos ilustrativos

La tabla 1 muestra las condiciones de algunas de las metanólisis de aceite de palma realizadas en un reactor de película líquida operado en contracorriente a nivel de banco con una capacidad máxima de 5 kg/h de aceite. Todas las reacciones se hicieron a 60 °C, con hidróxido de sodio como catalizador con una concentración de 1% p/p con respecto al flujo de aceite de palma alimentado. Para cada una de las reacciones se determinó el perfil de ésteres metílicos, monoglicéridos, diglicéridos, triglicéridos y metanol

Tabla 1. Condiciones experimentales de las metanólisis de aceite de palma ejemplo para esta patente.

Reacciones	Flujo de aceite de palma (g min ⁻¹)	Relación molar metanol a aceite de palma	Punto de alimentación metanol (% V) ^a
1CC	32,8	5,8	47,7
2CC	49,7	5,5	67,1
3CC	32,9	5,7	38,0

^a Porcentaje del volumen total del reactor medido desde la parte superior.

Las Figuras 3 a 5 presentan los perfiles de concentración experimentales obtenidos, y los perfiles que calcula un modelo desarrollado, ajustado y validado experimental y estadísticamente para simular el comportamiento del reactor de película líquida operado en contracorriente, y que fueron descritos en detalle por Cadavid (2011).

La Tabla 2 presenta las composiciones de las corrientes rica en metil ésteres de ácidos grasos y glicerol, efluentes del reactor de película líquida operado en contracorriente con una capacidad máxima de 5 kg/h de aceite, para la condición de operación que se describen a continuación para la metanólisis del aceite de palma. La conversión fue 99,7%, el rendimiento 99,9% y la productividad de 1,8 m³ EM h⁻¹ m⁻³.

Las condiciones de operación fueron las siguientes:

Temperatura	60°C
Catalizador	NaOH
Concentración de catalizador	1% en peso respecto al aceite
Flujo aceite de palma:	50,0 g min ⁻¹
Relación molar metanol a aceite de palma:	8,0 gmol gmol ⁻¹
Fracción de metanol por la alimentación 1:	1,00
Punto de alimentación 1:	76%
Fracción en peso de glicerol en alimentación 1:	0,00

Tabla 2. Composición de las corrientes obtenidas en la metanólisis de aceite de palma en el reactor de película líquida operado en contracorriente (porcentaje p/p).

Compuesto	Corriente rica en ésteres metílicos de aceite de palma (40 en la Figura 1)	Corriente rica en glicerol (50 en la Figura 1)
Metanol (M)	15,40	5,84
Ésteres metílicos (EM)	84,30	0,00
Glicerol (G)	0,00	93,71
Triglicéridos (TG)	0,26	0,00
Diglicéridos (DG)	0,04	0,00
Monoglicéridos (MG)	0,01	0,44

La Tabla 3 presenta las composiciones de las corrientes rica en etil ésteres de aceite de soya y en glicerol, efluentes del reactor de película líquida operado en contracorriente con una capacidad máxima de 5 kg/h de aceite, para la condición de operación que se describe a continuación para la etanolisis del aceite de soya. La conversión fue 99,0%, el rendimiento 99,9% y la productividad de $1,1 \text{ m}^3 \text{ EE h}^{-1} \text{ m}^{-3}$. Las condiciones de operación fueron las siguientes:

Temperatura	60°C
Catalizador	NaOH
Concentración de catalizador	1% en peso respecto al aceite
Flujo aceite de soya:	30,0 g min ⁻¹
Relación molar etanol a aceite de palma:	7,0 g mol g mol ⁻¹
Fracción de etanol por la alimentación 1:	1,00
Punto de alimentación 1:	76%
Fracción en peso de glicerol en alimentación 1:	0,00

Tabla 3. Composición de las corrientes obtenidas en la etanolisis de aceite de soya en el reactor de película líquida operado en contracorriente (porcentaje p/p).

Compuesto	Corriente rica en etil ésteres de aceite de soya (40 en la Figura 1)	Corriente rica en glicerol (50 en la Figura 1)
Etanol (M)	17,21	3,84
Ésteres etílicos (EM)	81,90	0,00
Glicerol (G)	0,00	96,16
Triglicéridos (TG)	0,78	0,00
Diglicéridos (DG)	0,09	0,00
Monoglicéridos (MG)	0,02	0,00

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos por alcoholisis de aceites y grasas, operado en contracorriente CARACTERIZADO PORQUE se realiza en un recipiente diseñado para que suceda la reacción y consta de los siguientes elementos:
 - a. Una corriente de suministro de aceite (10) que se alimenta al fondo del reactor (11);
 - b. Una primera corriente de suministro de una mezcla que contiene alcohol, glicerol y catalizador (20) que puede alimentar una o más etapas intermedias del reactor (21, 22, 23);

- c. Una segunda corriente opcional de suministro de una mezcla que contiene alcohol, glicerol y catalizador (30) en proporciones diferentes a las de la primera corriente (20), que puede alimentar una o más etapas intermedias del reactor (31) o la cima del reactor (32). Esta segunda corriente siempre se alimenta el reactor arriba de la(s) alimentación(es) de la primera corriente;
 - d. Una salida por la que fluye una mezcla de alquil éster de ésteres de ácidos grasos, alcohol y catalizador, que se ubica en la parte superior del reactor (40);
 - e. Una salida por la que fluye una mezcla de glicerol, alcohol y catalizador, que se ubica en la parte inferior del reactor (50);
 - f. Para separar el glicerol remanente en la corriente de salida del reactor, rica en alquil ésteres de ácidos grasos (40), cuenta con una centrífuga continua (2) que entra en operación cuando se requiera;
 - g. Para separar los alquil ésteres de ácidos grasos que pudieron ser arrastrados por la corriente de salida del reactor rica en glicerol (50), cuenta con una centrífuga continua (3) que entra en operación cuando se requiera;
 - h. Se mantiene la temperatura en el reactor en un intervalo entre 25 °C y 180 °C dependiendo del alcohol empleado;
 - i. La relación molar de alcohol a aceite se encuentra entre 3:1 y 10:1, sumando el alcohol en cualquiera de las corrientes de suministro de la mezcla alcohol, glicerina y catalizador;
 - j. El catalizador se escoge entre cualquier catalizador básico homogéneo empleado en alcoholísis, como CH_3ONa , CH_3OK , NaOH , KOH , o sus mezclas y se encuentran en un intervalo entre 0,5% y 3% en peso con respecto al flujo de aceite.
2. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos por alcoholísis de aceites y grasas, operado en contracorriente CARACTERIZADO PORQUE la reacción sucede en un reactor de película líquida descendente (1) que para su operación requiere:
- a. Un haz de fibras metálicas de 0,05 a 3 mm de diámetro u otro tipo de empaque que permita el patrón de flujo que se describió anteriormente;
 - b. Una fracción volumétrica de empaque en el reactor que se encuentre entre 2 y 75%;
 - c. Que la alimentación de alcohol, glicerol y catalizador (21, 22, 23) esté ubicada a una altura h entre 0 y 80% tomada desde la parte

superior del reactor, siendo $h=0\%$ la cima y $h=100\%$ el fondo del reactor.

3. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos de la reivindicación 1 CARACTERIZADO PORQUE el aceite suministrado (10) es aceite de palma y el alcohol es metanol.
4. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos de la reivindicación 1 CARACTERIZADO PORQUE el aceite suministrado (10) es aceite de soya y el alcohol es etanol.
5. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos de la reivindicación 3 CARACTERIZADO PORQUE existen dos alimentaciones de la mezcla alcohol, glicerol y catalizador (21 y 23), a alturas de 28,4% y 36,4% tomadas desde la parte superior del reactor, siendo $h=0\%$ la cima y $h=100\%$ el fondo del reactor.
6. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos de la reivindicación 4 CARACTERIZADO PORQUE existen dos alimentaciones de la mezcla alcohol, glicerol y catalizador (21 y 23), a alturas de 28,4% y 36,4% tomadas desde la parte superior del reactor, siendo $h=0\%$ la cima y $h=100\%$ el fondo del reactor.
7. Procedimiento de reacción para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos de la reivindicación 1 CARACTERIZADO PORQUE la fracción volumétrica de empaque es del 20%.
8. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos de la reivindicación 1 CARACTERIZADO PORQUE la fracción volumétrica de empaque está entre 5 y 15%
9. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos de la reivindicación 1 CARACTERIZADO PORQUE el número de Reynolds dentro del reactor es inferior a 4000.
10. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos de la reivindicación 1 CARACTERIZADO PORQUE el número de Reynolds dentro del reactor es inferior a 3000.
11. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos de la reivindicación 1 CARACTERIZADO PORQUE el número de Reynolds dentro del reactor es inferior a 2400
12. Procedimiento para la producción de alquil ésteres de ácidos grasos de la reivindicación 1 CARACTERIZADO PORQUE el tiempo de residencia en el reactor, para alcanzar la conversión del 99% requerida para el biodiesel como producto comercial y un rendimiento superior o igual al 99% en la

reacción, está entre 2 y 30 minutos para el aceite o la grasa y entre 3 y 60 minutos para la fase alcohólica

REFERENCIAS

Assmann, G. (1996). Continuous process for the production of lower alkyl esters. US. Patent 5,514,820.

Boocock D. (2003). Single-phase process for production of fatty acid methyl esters from mixtures of triglycerides and fatty acids, US Patent 6,642,399 B2.

Cadavid JG. Estudio del proceso de producción de biodiésel por extracción reactiva, Tesis de Doctorado, Doctorado en Ingeniería – Ingeniería Química, Universidad Nacional de Colombia Sede Bogotá, 2011.

Demirbas A, Karslioglu S. (2007). Biodiesel production facilities from vegetable oils and animal fats, *Energy Sources, Part A*, 29,133–141.

Freedman B, Pryde EH, Mounts TL. (1984). Variables affecting the yields of fatty esters from transesterified vegetable oils. *Journal of American Oil Chemist Society*, 61, 1638-1643.

Freedman B, Butterfield R, Pryde E. (1986). Transesterification Kinetics of Soybean. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 63, 1375-1380.

Fukuda H, Kondo A, Noda H. (2001). Biodiesel Fuel Production by Transesterification of Oils. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 92(5), 405-416.

Georgogianni K, Katsoulidis A, Pomonis P, Manos G, Kontominas M. (2009). Transesterification of rapeseed oil for the production of biodiésel using homogeneous and heterogeneous catalysis, *Fuel Processing Technology*, 90, 1016-1022.

Li W, Du W, Liu D. (2007). *Rhizopus oryzae* IFO 4697 whole cell-catalyzed methanolysis of crude and acidified rapeseed oils for biodiesel production in tert-butanol system, *Process BioChemistry*, doi :10.1016/j.procbio.2007.05.015

Lotero E, Liu Y, López D, Suwannakarn K, Bruce D, Goodwin J. 2005. Synthesis of biodiesel via acid catalysis, *Industrial Engineering Chemistry Research*, 44, 5353-5363.

Ma F, Hanna MA. (1999). Biodiesel production: a review. *Bioresource Technology*, 70, 1-15.

Marulanda VF, Anitescu G, Tavlarides LL. (2010). Biodiesel fuels through a continuous flow process of chicken fat supercritical transesterification, *Energy & Fuels*, 24, 253-260.

Meher L, Vidya C, Naik S. (2006). Technical aspects of biodiesel production by transesterification – a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 10, 248-268.

Narváez PC. Producción de ésteres metílicos de ácidos grasos en un reactor de película líquida descendente, Tesis de Doctorado, Doctorado en Ingeniería – Ingeniería Química, Universidad Nacional de Colombia Sede Bogotá, 2006.

Narváez PC, Rincón SM, Sánchez FJ. (2007). Kinetics of Palm Oil Methanolysis. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 84, 971-977.

Narváez PC, Sánchez FJ. (2008). Proceso continuo para la producción de alquil ésteres de compuestos grasos empleando reactores de película líquida

descendente, Gaceta de la Superintendencia de Industria y Comercio de la República de Colombia, 592, 53.

Van Gerpen J. (2005). Biodiesel Processing and Production. *Fuel Processing and Technology*, 86, 1097-1107.

Zhang Y, Dube MA, McLenn DD, Kates M. (2003) Biodiesel production from waste cooking oil: 2. Economic assessment and sensitivity analysis. *Bioresource Technology*, 90, 229-240.

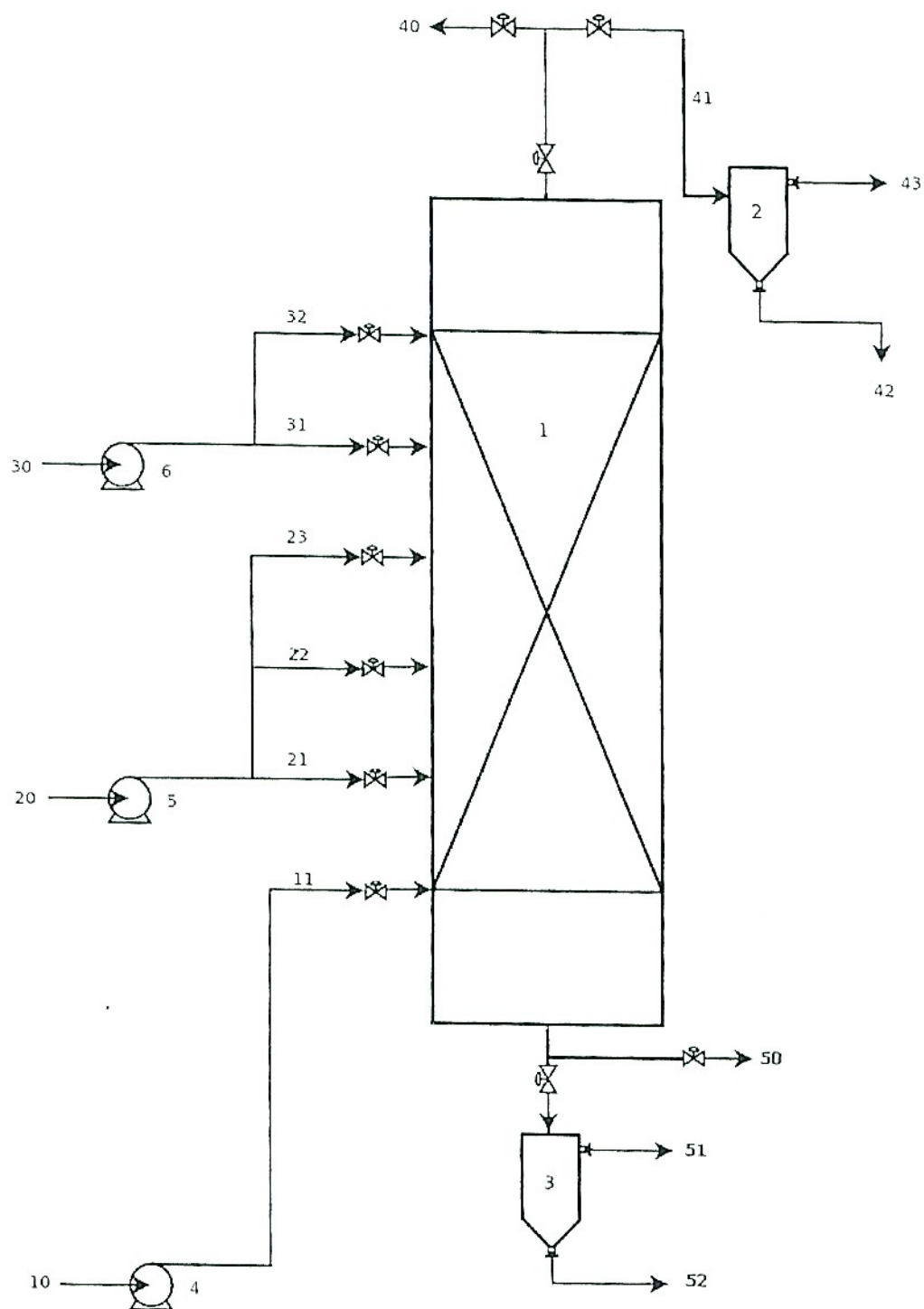


Figura 1. Esquema del procedimiento de reacción que incluye el reactor de película líquida operado en contracorriente.

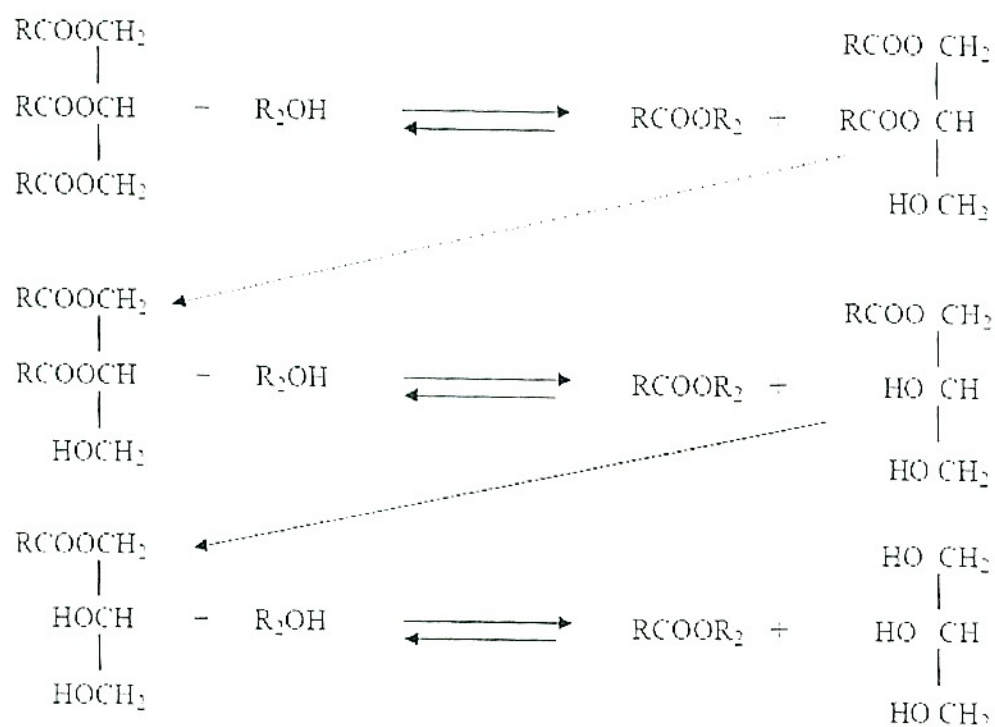


Figura 2. Alcohólisis de triglicéridos.

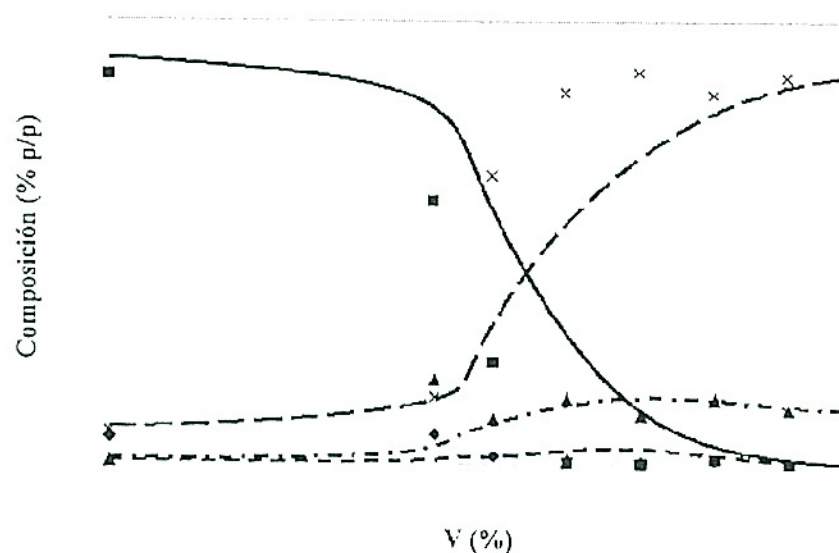


Figura 3. Perfiles para la composición de la fase rica en ésteres metílicos en la metanólisis del aceite de palma en un reactor de película líquida operado en contracorriente. Los datos corresponden a la reacción 1CC y se realizaron bajo las condiciones reportadas en la tabla 1. Datos experimentales: (■) EM (♦) MG (▲) DG (×) TG. Datos obtenidos con el modelo: (—) EM, (---) MG, (- · - ·) DG, (- - -) TG.

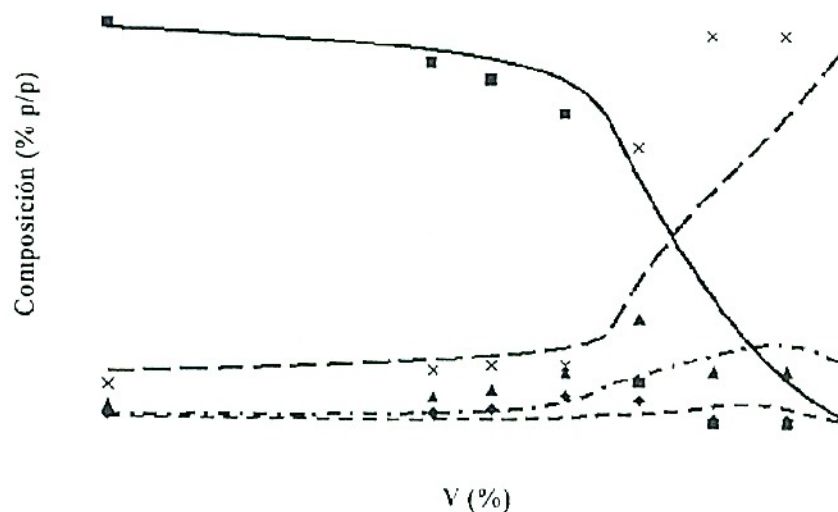


Figura 4. Perfiles para la composición de la fase rica en ésteres metílicos en la metanólisis del aceite de palma en un reactor de película líquida operado en contracorriente. Los datos corresponden a la 2CC y se realizaron bajo las condiciones reportadas en la tabla 1. Datos experimentales: (■) EM (♦) MG (▲) DG (×) TG. Datos obtenidos con el modelo: (—) EM, (- - -) MG, (- · - ·) DG, (· - - ·) TG.

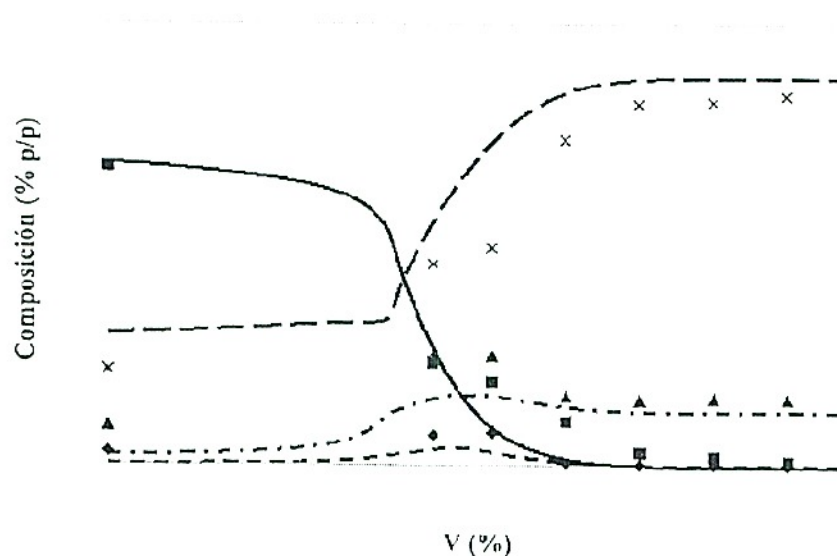


Figura 5. Perfiles para la composición de la fase rica en ésteres metílicos en la metanólisis del aceite de palma en un reactor de película líquida operado en contracorriente. Los datos corresponden a la 3CC y se realizaron bajo las condiciones reportadas en la tabla 1. Datos experimentales: (■) EM (♦) MG (▲) DG (×) TG. Datos obtenidos con el modelo: (—) EM, (- - -) MG, (- · - ·) DG, (· - - ·) TG.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800.176.089-2

- / -

20



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

RECIBO DE CAJA

No. 15 - 0080206

Bogotá D.C., Julio 17 de 2015 - 11:08:45

RECIBIDO DE : UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

NI 899.999.063

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
RECIBO DE CA	SIC ** RECIBO **	999999999	66545	11/06/2015	220.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	Vr.UNDITARIO	Vr.CONCEPTO
------------------	----------	--------------	-------------

1 50005-01-01 SOLICITUDES

1607 REIVINDICACION PATENTE UNITARIA
ADICIONAL A LAS 10 INIC

32.000.00

32.000.00

\$32.000.00

SON: **TREINTA Y DOS MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-016083- -00009-0000

Fecha: 2015-07-17 11:13:32 Dep. 2020 DIR NUEVASCR
Tra 2 PATENTES Eve 1 REGDEPOSITO
Act. 523 RESPUESTA Folios. 20

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

Julio 17 de 2015 - 11:08:46