



SUPERINTENDENTE
 N.º
 Fecha: 20/05/2011
 Tra. 11 p.
 Act. 411 p.

No. 13-105810-00000 0000

No. 13-105810- -00000-0000
2013-04-25 16:22:15

Fecha: 2013-04-25 16:33:10
Tra. 11 PATENTE/II
Act. 411 PRESENTACION

Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Eve: 378 FASENACIONALI
Folios: 29

División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD
PATENTE DE INVENCION

CC-0 5-10-1964

71. **SOLICITANTE**

74. **APODERADO** _____

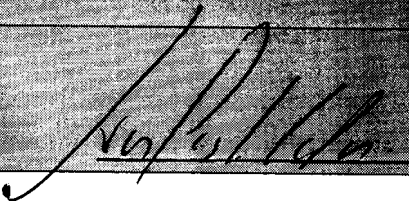
22. **BOGOTÁ, D.C.** _____

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO  No. 13-105810- -00000-0000 Fecha: 2013-04-25 16:33:10 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI Act. 411 PRESENTACION Folios: 29
---	---

AS. 124.545

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SOLICITUD FASE NACIONAL -PCT

1	TIPO DE SOLICITUD	☒ Patente de invención ☒ Capítulo I	☐ Patente de Modelo de Utilidad ☐ Capítulo II	
2	DATOS SOLICITUD INTERNACIONAL PCT (86)			
Solicitud Internacional No.		PCT/CL2011/000082	Fecha	25.12.2011
Publicación Internacional No.		WO 2012/088620	Fecha	05.07.2012
3	TÍTULO DE LA INVENCIÓN (200 caracteres o espacios máximos)			
CONCENTRADO DE OMEGA 3				
4	CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL (CIP)			
5	SOLICITANTE (S) ☐ Esta persona también es inventor. Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria			
APELLIDOS O RAZÓN SOCIAL		NOMBRE	IDENTIFICACIÓN	TIPO
GOLDEN OMEGA S.A.				
6	DATOS DEL SOLICITANTE			
DIRECCIÓN		E. Quisco 3140, Las Condes		Nº. TELÉFONO
CIUDAD		Santiago		CORREO ELECTRÓNICO
DEPARTAMENTO/ESTADO				NACIONALIDAD O
PAÍS DE RESIDENCIA		CL		LUGAR DE CONSTITUCIÓN
7	INVENTOR (ES) Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria			
APELLIDOS		NOMBRES	NACIONALIDAD	
1. SEPÚLVEDA REYES		Juvenal Antonio	CL	
2. BERRIOS CORNEJO		Miriam Rosa	CL	
3. FUENZALIDA DÍAZ		Miguel Ángel	CL	
4. MARKOVITS ROJAS		Alejandro	CL	
5. HARTING GLADE		Thomas Francis	CL	
DIRECCIÓN DE CORREO ELECTRÓNICO:				
8	DATOS INVENTOR (ES)			
PAÍS RESIDENCIA	DEPARTAMENTO/ESTADO	CIUDAD	DIRECCIÓN	
1. CL		Santiago	Av. Presidente Eduardo Frei Montalva 6000, Quilicura	
2. CL		Santiago	Av. Presidente Eduardo Frei Montalva 6000, Quilicura	
3. CL		Santiago	Av. Presidente Eduardo Frei Montalva 6000, Quilicura	
4. CL		Santiago	Av. Presidente Eduardo Frei Montalva 6000, Quilicura	
5. CL		Santiago	Av. Presidente Eduardo Frei Montalva 6000, Quilicura	
OTRO(S) SOLICITANTE(S) Y/O (OTRO(S)) INVENTOR(ES)				
☐ Los demás solicitantes y/o (demás) inventores se indican en una hoja de información complementaria.				
9	☐ REPRESENTANTE LEGAL ☒ APODERADO			
APELLIDOS		NOMBRES	IDENTIFICACIÓN	
CADENA SARMIENTO		JUAN PABLO	C.C . 80.410.337 T.P . 57492	
DIRECCIÓN		Calle 70A 4 41		Nº. TELÉFONO
CIUDAD		Bogotá, D.C.		7442200
PAÍS		CO		CORREO ELECTRÓNICO
				Nº. RADICACIÓN O PROTOCOLO DE PODER GENERAL
10	DECLARACIONES DE PRIORIDAD ☒ SI ☐ NO			
(33) PAÍS DE ORIGEN		CÓDIGO PAÍS	(31) NÚMERO	(32) FECHA (AAAA/MM/DD)
1. CL		CL	1587-2010	2010/12/27
2.				

11	DECLARACIÓN SOBRE USO DE RECURSOS GENÉTICOS O BIOLÓGICOS		
<i>Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de recursos genéticos o biológicos de los que cualquiera de los países miembros de la Comunidad Andina es país de origen.</i>			
☐ SI ☒ NO			
Nota: En caso afirmativo deberá anexar copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o número de registro, expedido por la Autoridad competente.			
12	DECLARACIÓN SOBRE USO DE CONOCIMIENTOS TRADICIONALES		
<i>Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de conocimientos tradicionales de comunidades indígenas, afroamericanas o locales de países miembros de la Comunidad Andina.</i>			
☐ SI ☒ NO			
Nota: En caso afirmativo deberá anexar la licencia o autorización de uso de conocimiento tradicional, o certificado o número de registro.			
13	REDUCCIÓN DE TASAS		
<i>Declaro que carezco de medios económicos para presentar la solicitud de patente.</i>			
☐ SI ☒ NO			
Nota: En caso de ser persona natural y carecer de medios económicos, y por lo tanto, aplique la reducción de tasas a que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.			
Micro, pequeñas y medianas empresas ☐			
Universidades públicas o privadas ☐			
Entidades sin ánimo de lucro ☐			
Debe aportar los documentos que se indican en el numeral 17 de anexos			
14	AUTORIZACIÓN DE NOTIFICACIÓN EN LÍNEA ☒ SI ☐ NO		
Manifiesto que he leído y entendido perfectamente los términos y condiciones de uso de medios electrónicos para las notificaciones en línea a través de Internet de los actos administrativos proferidos por la Superintendencia de Industria y Comercio que deben ser notificados personalmente y, en consecuencia, autorizo el servicio de notificación a través de internet.			
15	COMPROBANTE DE PAGO O PAGO ELECTRÓNICO	No. 13-30877	Fecha: 24.04.2013
16	FIRMA DEL SOLICITANTE, DEL APODERADO O DEL REPRESENTANTE LEGAL <i>Junto a cada firma, indicar el nombre del firmante y su calidad (si tal calidad no es obvia al leer el petitorio)</i>		
			
17	ANEXOS		
Documentación Técnica Solicitud Internacional en castellano		Documentación Jurídica	
1. ☒ Descripción N° de folios: 4-25		9. ☒ Poderes, si fuera el caso.	
2. ☒ Reivindicaciones N° Reivindicaciones: 7		10. ☐ Documento que legalmente pruebe la cesión del inventor al solicitante o a su causante.	
3. ☐ Dibujos y/o figuras N° folios:		11. ☐ Copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, certificado o número de registro, si fuera el caso.	
4. ☒ Resumen.		12. ☐ Copia de la licencia o autorización de Conocimientos Tradicionales, certificado o número de registro, si fuera el caso.	
5. ☐ Certificado de depósito de material biológico si fuera el caso.		13. Reducción de tasas	
6. ☐ Listado de secuencias de nucleótidos y/o aminoácidos en forma digital si fuera el caso.		Micro, pequeñas o medianas empresas	
7. ☐ Arte final 12 x 12.		☐ Copia simple de la declaración de renta del año inmediatamente anterior, o en su defecto prueba documental idónea.	
8. ☐ Anexo formato digital.		☐ Documento de constancia de cumplimiento con lo establecido en la ley 905 de 2004.	
		Universidades públicas o privadas	
		☐ Copia acto de reconocimiento institucional emitido por el Ministerio de Educación	
		Entidades sin ánimo de lucro	
		☐ Copia de registro vigente en Cámara de comercio.	
		☐ Hoja de información complementaria.	
		☐ Otros, especificar:	
		14. ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.	
		15. ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.	
		16. ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.	
		17. ☐ Comprobante de pago por reivindicación adicional a 10.	

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la
Propiedad Intelectual
Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional
5 de julio de 2012 (05.07.2012)

WIPO | PCT

(10) Número de Publicación Internacional
WO 2012/088620 A3

(51) Clasificación Internacional de Patentes:
A23D 9/00 (2006.01) C11B 3/00 (2006.01)
C11B 1/10 (2006.01)

(21) Número de la solicitud internacional:
PCT/CL2011/000082

(22) Fecha de presentación internacional:
25 de diciembre de 2011 (25.12.2011)

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(30) Datos relativos a la prioridad:
1587-2010
27 de diciembre de 2010 (27.12.2010) CL

(71) Solicitante (para todos los Estados designados salvo US):
GOLDEN OMEGA S.A. [CL/CL]; El Quisco 3140, Las
Condes, Santiago (CL).

(72) Inventores; c

(75) Inventores/Solicitantes (para US solamente):
SEPÚLVEDA REYES, Juvenal Antonio [CL/CL];
Avenida Presidente Eduardo Frei Montalvo 6000,
Quilicura, Santiago (CL). BERRIOS CORNEJO, Miriam
Rosa [CL/CL]; Avenida Presidente Eduardo Frei Montalvo
6000, Quilicura, Santiago (CL). FUENZALIDA DÍAZ,
Miguel Ángel [CL/CL]; Avenida Presidente Eduardo Frei
Montalvo 6000, Quilicura, Santiago (CL). MARKOVITS
ROJAS, Alejandro [CL/CL]; Avenida Presidente Eduardo
Frei Montalvo 6000, Quilicura, Santiago (CL). HARTING
GLADE, Thomas Francis [CL/CL]; Avenida Presidente
Eduardo Frei Montalvo 6000, Quilicura, Santiago (CL).

(74) Mandatario: BEUCHAT, BARROS & PFENNIGER
DOS S.A.; Europa 2035, Providencia, Santiago (CL).

(81) Estados designados (a menos que se indique otra cosa,
para toda clase de protección nacional admisible): AE,
AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR,
BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE,
DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH,
GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM,
KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA,
MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG,
NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU,
RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ,
TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA,
ZM, ZW.

(84) Estados designados (a menos que se indique otra cosa,
para toda clase de protección regional admisible):
ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW,
SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), euroasiática (AM, AZ,
BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europea (AL, AT, BE,
BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR,
HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL,
PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG,
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publicada:

— con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))

(88) Fecha de publicación del informe de búsqueda
internacional:

13 de septiembre de 2012

(54) Title: OMEGA-3 CONCENTRATE

(54) Título : CONCENTRADO DE OMEGA 3

(57) Abstract: A simple, efficient method for obtaining a concentrate that comprises around 80% by weight ω -3 fatty acid ethyl esters from a composition of material that contains ω -3 fatty acid esters or free ω -3 fatty acids, which comprises the following steps: a) placing the composition of material in contact with at least 96% by weight ethanol an alkali and metal hydroxide at a temperature between 60 and 200°C to form a liquid mixture that comprises fatty acid alkaline salts; b) cooling the liquid mixture to a temperature between 50 and -20°C to form a solid phase and a liquid phase, and separating the liquid phase from the solid phase; c) placing the liquid phase separated in step b) in contact with an acid to form an acidified mixture with a water content of less than 10%, in which the mixture consists of a solid phase that comprises the alkali metal salt of the acid and a liquid phase that comprises ω -3 fatty acids; d) heating the mixture from step c) to 50 to 150°C in the presence of an esterification catalyst to form a mixture that comprises ω -3 fatty acid ethyl esters; e) placing the mixture from step d) in contact with an alkali to form a neutralized mixture; f) distilling the neutralized mixture to obtain a distillate that comprises around 80% by weight ω -3 fatty acid ethyl esters.

(57) Resumen: Un proceso eficiente y simple para obtener un concentrado que comprende sobre 80% en peso de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 a partir de una composición de materia que contiene ésteres de ácidos grasos ω -3 o ácidos grasos ω -3 libres, que comprende las etapas de: a) contactar la composición de materia con etanol de al menos 96% en peso y un hidróxido de un metal alcalino a una temperatura entre 60 y 200 °C para formar una mezcla líquida que comprende sales alcalinas de ácidos grasos; b) enfriar la mezcla líquida hasta una temperatura entre 50 y -20 °C para formar una fase sólida y una fase líquida y separar la fase líquida de la fase sólida; c) contactar la fase líquida separada de la etapa b) con un ácido para formar una mezcla acidificada con un contenido de agua menor a 10%, donde la mezcla consiste en una fase sólida que comprende la sal alcalino metálica del ácido y una fase líquida que comprende ácidos grasos ω -3; d) calentar la mezcla de la etapa c) entre 50 a 150 °C en presencia de un catalizador de esterificación para formar una mezcla que comprende ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3; e) contactar la mezcla de la etapa d) con un álcali para formar una mezcla neutralizada; f) destilar la mezcla neutralizada para obtener un destilado que comprende sobre 80% en peso de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3.

WO 2012/088620 A3

CONCENTRADO DE OMEGA 3

Campo de aplicación

- 5 La presente invención se relaciona con un proceso eficiente y simple para la obtención de concentrados de ácidos grasos ω -3 conteniendo sobre 80 % de ácidos grasos ω -3 a partir de composiciones de materia que contienen ácidos grasos ω -3 en forma de ésteres o libres.
- 10 Estado de la técnica.
- Actualmente está ampliamente conocida y documentada la utilidad de los ácidos grasos poliinsaturados de cadena larga del tipo ω -3, como los ácidos octadecatrienoico (ALA; ácido α -linolenico), eicosapentaenoico (EPA) y docosahexaenoico (DHA), en la
- 15 prevención de arteriosclerosis y enfermedades cardiovasculares, alivio de condiciones inflamatorias y retardo en el crecimiento de tumores. Los isómeros naturales de estos ácidos grasos ω -3 tienen configuraciones todo *cis* y sus dobles enlaces están separados entre sí por una unidad metilénica. Cuando los dobles enlaces están separados entre sí por dos o más enlaces simples, se denominan dobles enlaces aislados. Los expertos
- 20 recomiendan la ingestión diaria de ácidos grasos ω -3 en dosis que varían entre 0,5 a 10 g. Como consecuencia existe un interés creciente para la obtención de concentrados de ácidos grasos ω -3 para su incorporación en productos alimentarios, nutraceuticos y farmaceuticos.
- 25 Una de las fuentes más ricas en ácidos grasos ω -3, principalmente EPA y DHA, son los aceites de origen marino como los aceites de pescado de diferente especies tales como sardina, jurel, anchoveta, salmón, bacalao y krill, microalgas marinas como *Phaeodactylum tricornutum*, *Nannochloropsis sp.*, y aceites vegetales tales como de semillas de linaza, de cáñamo y otros ricos en ALA. El contenido combinado de EPA y
- 30 DHA en los aceites de origen marino es típicamente entre 10 a 35 % en peso. Actualmente, en la industria alimentaria y nutraceutica se utilizan como fuente de

ácidos grasos ω -3 aceites de pescado refinados. Los procesos de refinación de los aceites de pescado son en general adaptaciones de los clásicos procesos de refinación de los aceites de origen vegetal y logran reducir los olores y sabores desagradables característicos de los aceites de pescado de modo de posibilitar su utilización alimentaria y nutracéutica. Algunos de tales procesos se divulgan en patentes norteamericanas 4915876, 4874629, 4804555, 4599143 y 4838997 entre otros. Una ventaja de los conocidos procesos de refinación de aceites de pescado, además de lograr adecuar dichos aceites para consumo humano, es que en dichos procesos no se producen pérdidas significativas en la concentración original de los ácidos grasos ω -3 de tales aceites.

No obstante, para la elaboración de productos nutracéuticos especiales y farmacéuticos se requieren productos con un contenido de ácidos grasos ω -3 sobre 60%, al menos 70%, preferiblemente sobre 80% en peso, lo que evidentemente no se puede lograr mediante los procesos de refinación tradicionales de aceites.

Existen numerosos procesos en el estado de la técnica para la producción de concentrados con un contenido de ácidos grasos ω -3 sobre 60 % en peso a partir de aceites de origen marino. Como el EPA y el DHA se encuentran en los aceites marinos mayoritariamente en forma de triglicéridos y/o fosfolípidos como en el caso del krill, la mayoría de los procesos de concentración comienza transesterificando los aceites química o enzimáticamente con un alcohol, normalmente etanol, o hidrolizando los aceites con una solución alcalina acuosa para formar las sales de los ácidos grasos y los ácidos libres a partir de dichas sales. A continuación los productos de la transesterificación o de la hidrólisis se someten a procesos de fraccionamiento para llegar a los productos deseados. Normalmente no es posible obtener concentrados con alto contenido de ácidos grasos ω -3 por una única técnica de fraccionamiento, por tanto se utilizan una combinación de técnicas.

La formación de complejos con urea es una de las técnicas de fraccionamiento más comúnmente utilizadas para la recuperación de concentrados con alto contenido de EPA y/o DHA.

- 5 Urea tiene la propiedad de formar complejos sólidos o aductos con compuestos orgánicos alifáticos saturados. Cuando se agrega una solución de urea a una composición derivada de aceite que contiene ácidos grasos libres o sus ésteres con un alcohol monohídrico, se forma un complejo cristalino o aducto que contiene la fracción más saturada de los ácidos. Luego los complejos pueden ser removidos, quedando un
10 refinado de los ácidos más insaturados. El proceso de complejación se ha utilizado tanto con ácidos libres como con sus metil o etil ésteres.

- El refinado se puede luego someter a otras etapas de fraccionamiento, como por ejemplo destilación molecular de una o más etapas lo que permite obtener productos con más de
15 80 % en peso de ácidos grasos ω -3, como lo divulgan Breivik et al. en US 5,945,318.

- Otras técnicas de purificación del refinado del fraccionamiento con urea que han sido utilizadas comprenden la cristalización fraccionada del refinado en presencia de un solvente orgánico como acetona divulgado por Rubin et al. en patente US 4,792,418,
20 cromatografía líquida de alta presión del refinado en columnas rellenas con Ag-silica o Ag-alúmina divulgado por Lee en patente US 6,664,405, y el tratamiento del refinado con carbón activo y hexano, divulgado por Wang en patente US 5,679,809.

- Sin embargo los procesos que involucran la utilización de urea tienen varias desventajas e inconvenientes. El primero de ellos es el bajo rendimiento de recuperación de los
25 ácidos grasos ω -3 normalmente del orden de 30 % ya que los aductos de urea además de los ácidos grasos saturados contienen considerables cantidades de ácidos grasos ω -3 también y actualmente no se dispone de un proceso económicamente eficiente para la recuperación de los ácidos grasos insaturados de los aductos de urea, lo que hace que el
30 proceso sea muy costoso y requiera el uso de equipos complejos e instalaciones de gran tamaño relativo a la producción. Por ejemplo, por cada tonelada de aceite de pescado se

recupera entre 60 a 80 kilos de producto final, es decir, menos del 8% (Breivik, Harald (2007) "Long Chain Omega-3 Specialty Oils" The Oily Press).

En adición, la gran cantidad de aductos de urea formados, ya que por cada tonelada de aceite marino se utilizan entre una a tres toneladas de urea, representa un formidable desafío para su disposición ambiental, y en adición también se ha reportado la producción de dos potentes carcinógenos, etil o metil carbamatos, en el proceso. (Cañas BI, Yurawecz MP (1999) "Ethyl carbamate formation during urea complexation for fractionation of fatty acids". J.Am Oil Chem Soc 76:537).

10

A pesar de las desventajas y complejidades del proceso de refinación de ácidos grasos ω -3 mediante urea, dichos procesos representan más del 85% de la actual producción mundial de concentrados con un contenido sobre 80 % de ácidos grasos ω -3.

15 Son pocos los procesos divulgados para la producción de concentrados ácidos grasos ω -3 que no utilizan una etapa de fraccionamiento con urea. Uno de ellos es el proceso descrito por Kokubu et al. en solicitud de patente japonesa JP 1982000131654 donde aceite de pescado, después de una hidrólisis alcalina, es enfriado entre 25 y 5 °C para precipitar jabones de ácidos grasos saturados. Una vez separado el sobrenadante se le
20 adiciona agua, se extrae con un solvente orgánico como hexano, éter de petróleo, benceno u otro. La fase acuosa extraída se acidifica con un ácido mineral para formar una fase acuosa y una fase orgánica conteniendo los ácidos grasos formados, se extraen nuevamente con un solvente orgánico como hexano, éter de petróleo, benceno u otro, y la fase orgánica extraída se somete a procesos de decoloración y desodorización por
25 adsorción y destilación a vapor o por destilación molecular.

El proceso divulgado sólo es capaz de producir concentrados con un contenido entre 60 a 70 % de EPA y DHA, lo que aún es insuficiente para la formulación de productos de uso farmacéutico y nutraceúticos especiales. En adición utiliza una ó más etapas de
30 extracción con hidrocarburos o solventes hidrocarbonados cuya concentración máxima permisible en productos de consumo humano es muy restringida. En los procesos para

la producción de ingredientes nutraceuticos o farmaceuticos no resulta conveniente utilizar solventes organicos cuya concentración máxima permisible en productos de consumo humano sea muy baja, menor a 1 mg/kg (como el caso de hexano), ya que entre otros inconvenientes técnicos y económicos la remoción de dichos solventes, para
5 poder cumplir las regulaciones, puede afectar la calidad de los ácidos grasos ω -3.

Morgan en solicitud WO 2009/20406 A1 revela un proceso de concentración de ácidos grasos ω -3 a partir de aceite de pescado mediante hidrólisis a baja temperatura y no utiliza solventes organicos cuya concentración máxima permisible en productos de
10 consumo humano sea muy baja, menor a 1 mg/kg. En la memoria descriptiva no se divulgan las concentraciones de ácidos grasos ω -3 alcanzables por el proceso divulgado, pero los ejemplos indican que las concentraciones de los productos directos del proceso divulgado varían entre 46 a 65 %. Aunque resulte obvio, el inventor divulga que los ácidos grasos enriquecidos en ácidos grasos poliinsaturados "obtenidos a partir de los
15 métodos de la invención pueden ser purificados más allá mediante técnicas conocidas tales como destilación, cristalización fraccionada o formación de un complejo de urea." En el Ejemplo 2 la concentración de ácidos grasos ω -3 del producto obtenido directamente mediante el proceso de la invención fue 65 %. El producto sometido a una etapa de recrystalización (Ejemplo 3) tuvo un contenido de 75 % de ácidos grasos ω -3,
20 aún insuficientes para el uso en aplicaciones nutraceuticas especiales y farmaceuticas.

Otro proceso es divulgado por Cornieri et al. en patente US 5,130,061 donde luego de la transesterificación química del aceite de pescado, los ésteres se extraen con un solvente organico como hexano y luego de remover el solvente el producto se somete a una
25 cromatografía en silicagel seguido de la destilación molecular para obtener un concentrado de EPA y DHA pero con un contenido inferior a 70 % en peso. Para mejorar la concentración, el producto cromatografiado en silicagel se disuelve en acetona, se cristaliza a -40 °C y el residuo resultante separado se somete a una destilación molecular de dos pasos, lo que permite llegar a concentraciones de ésteres de
30 DHA entre 85-95 %. En este proceso también hay una etapa que utiliza hexano que tiene los inconvenientes mencionados. La etapa de purificación cromatográfica hace

poco atractivo económicamente el proceso además de ser compleja su implementación industrial. En adición, el rendimiento de recuperación de ácidos grasos ω -3 es bajo, menor a 30 %.

- 5 La empresa noruega Jahres Fabrikker produjo hasta el año 1986 un concentrado de EPA y DHA a partir de aceite de pescado. El proceso consistía en saponificar el aceite de pescado con una solución acuosa de hidróxido de sodio para formar jabones sólidos, que posteriormente se extraían con un solvente, típicamente metanol. El extracto metanólico se acidulaba y se aislaban los ácidos grasos libres con un contenido de EPA y DHA de
- 10 50 %. (Breivik, Harald (2007) "Long Chain Omega-3 Specialty Oils" The Oily Press). Los ácidos grasos se destilaban molecularmente para alcanzar una concentración máxima de 65%.

- En el estado de la técnica no se conocen procesos eficientes para la obtención de
- 15 concentrados de ácidos grasos ω -3 con contenido de ácidos grasos ω -3 sobre 80 % que no utilicen fraccionamiento con urea o solventes orgánicos cuya concentración máxima permisible en productos de consumo humano es restringida.

- Para aplicaciones farmacéuticas y nutracéuticas especiales, resulta importante que en los
- 20 concentrados de ácidos grasos ω -3 dichos ácidos grasos correspondan a los isómeros naturales con configuraciones todo *cis* y con dobles enlaces arreglados en un sistema de dobles enlaces aislados separados entre sí por un grupo metilénico.

- No obstante durante los procesos para la producción de concentrados de ácidos grasos
- 25 ω -3 se producen isómeros tipo *trans* y asimismo isómeros conjugados donde dos o más dobles enlaces están separados por un solo enlace simple

- Se han divulgado procesos para la producción de concentrados de ácidos grasos ω -3 en los que no ha habido cambios en la configuración natural de dichos ácidos, pero sin
- 30 referencia alguna al problema de la isomerización de los dobles enlaces. Se ha encontrado, en forma sorprendente, que en los productos obtenidos por el proceso de la

presente invención no se detectan isómeros tipo *trans* tampoco isómeros con dobles enlaces conjugados.

En consecuencia, el objetivo de la presente invención es proveer un proceso eficiente y simple, que no utiliza fraccionamiento con urea ni solventes orgánicos cuya concentración máxima permisible en productos de consumo humano es restringida, para la producción de concentrados de ácidos grasos ω -3 conteniendo sobre 80 % de ácidos grasos ω -3 a partir de composiciones de materia que contienen dichos ácidos grasos en forma de ésteres o ácidos grasos libres, aptos para el consumo humano y de calidad farmacéutica.

Dicho objetivo se obtiene a través del procedimiento que comprende las etapas de:

- a) contactar la composición de materia que contiene ácidos grasos en forma de ésteres o ácidos grasos libres con etanol de al menos 96 % en peso y un hidróxido de un metal alcalino a una temperatura entre 60 y 200 °C para formar una mezcla líquida que comprende sales alcalinas de ácidos grasos;
- b) enfriar la mezcla líquida hasta una temperatura entre 50 y -20 °C para formar una fase sólida y una fase líquida y separar la fase líquida de la fase sólida;
- c) contactar la fase líquida separada de etapa b) con un ácido para formar una mezcla acidificada con un contenido de agua menor a 10 %, donde la mezcla consiste en una fase sólida que comprende la sal alcalino metálica del ácido y una fase líquida que comprende ácidos grasos ω -3 y separar las dos fases;
- d) calentar la fase líquida de la etapa c) entre 50 a 150 °C en presencia de un catalizador de esterificación para formar una mezcla que comprende ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3;
- e) contactar la mezcla de la etapa d) con un álcali para formar una mezcla neutralizada, que comprende etil ésteres de ácidos grasos ω -3 y separar los etil ésteres de la mezcla neutralizada;
- f) destilar los etil ésteres de la etapa e) para obtener un destilado que comprende sobre 80 % en peso de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3.

Descripción detallada de la Invención.

Para el proceso descrito en la presente solicitud de patente, se utiliza como materia
 5 prima cualquiera composición de materia que contenga ácidos grasos ω -3 esterificados
 ya sea en forma de triglicéridos, fosfolípidos u otras formas, como en los aceites o
 grasas, de origen animal tales como aceite de pescado crudos o refinados, de diferente
 especies como sardina, jurel, anchoveta, salmón, bacalao, krill, microalgas marinas
 como *Phaeodactylum tricornotum*, *Nannochloropsis sp*, de origen vegetal tales como
 10 aceites vegetales de semillas de linaza, de cáñamo, mezclas de aceites o grasas de origen
 marino con aceites vegetales, o también en forma de monoésteres o ácidos grasos libres,
 productos de diferentes fuentes ó procesos comerciales. El contenido combinado de
 ácidos grasos ω -3 (EPA y DHA) en los aceites de pescado es típicamente entre 10 a 35
 % en peso, mientras que en los aceites vegetales (ALA) es muy variable pudiendo llegar
 15 hasta más de 50 % como en el aceite de semillas de linaza. El término aceite en la
 presente invención también incluye grasas que contienen ácidos grasos ω -3. La
 diferencia entre aceite y grasa radica en que los primeros son líquidos y los segundos
 sólidos a la temperatura ambiente. Los lípidos extraídos de varias microalgas marinas
 son sólidos a temperatura ambiente y pueden contener entre 5 a 30 % de ácidos grasos
 20 ω -3. También son útiles como materia prima para la presente invención lípidos
 extraídos de insectos, larvas de insectos y vegetales modificados genéticamente para la
 producción de ácidos grasos ω -3 de cadena larga.

Para llevar a cabo la invención la materia prima conteniendo ácidos grasos ω -3 se
 25 somete primeramente a una etapa de saponificación o de neutralización con un
 hidróxido de un metal alcalino para formar una mezcla reaccionada que comprende
 sales alcalino metálicas de los ácidos grasos. Para ello, la materia prima se contacta con
 etanol preferentemente anhidro, con un contenido de agua no mayor a 4% en peso,
 preferentemente menor a 1%, y con un hidróxido de un metal alcalino, preferentemente
 30 hidróxido de sodio, o una solución de hidróxido de un metal alcalino, preferentemente
 hidróxido de sodio, a temperaturas entre 60 y 200 °C, preferentemente a 120 °C y bajo

presión. En el caso de utilizar una solución de hidróxido de sodio, la solución del hidróxido de sodio se elige del grupo que consiste en una solución acuosa de hidróxido de sodio sobre 40% en peso y una solución en etanol de hidróxido de sodio menor a 50% en peso. A esta temperatura el tiempo de reacción para la saponificación o neutralización de la materia prima es sólo de algunos minutos, lo que adicionalmente tiene la ventaja de poder llevar a cabo la reacción en un proceso simple y continuo. La cantidad de etanol que se utiliza en la reacción puede variar entre 0,5 a 10 kg por kg de materia prima preferentemente entre 1 a 6 kg por kg de materia prima, mientras que la cantidad de hidróxido del metal alcalino que se utiliza en la reacción es igual o superior al 90% molar, preferentemente mayor al 100 %, del valor indicado por el índice de saponificación, que en el caso de utilizar hidróxido de sodio representa al menos 0,712 g de hidróxido de sodio por kg de materia prima multiplicado por el índice de saponificación de la materia prima. La reacción se puede llevar a cabo por lotes o en forma continua en un recipiente agitado o recipiente tubular u otro tipo habitualmente utilizados en la saponificación de aceites y grasas. Cuando la materia prima utilizada en la presente solicitud de patente es un aceite de pescado crudo o refinado, ya sea solo o combinado con aceite vegetal, dicha materia prima o aceite de pescado crudo o refinado puede, opcionalmente, ser purificado para remover eventuales Contaminantes Orgánicos Persistentes (COPs) que puedan estar presentes mediante procesos conocidos en el estado de la técnica. COPs son productos químicos tóxicos que se acumulan en los tejidos grasos de los organismos vivos. Niveles relativamente elevados de COPs se han encontrado en diversas especies de peces y en consecuencia en la harina y aceite producidos a partir de esas especies. Los COPs comprenden pesticidas, productos químicos industriales como bifenilos policlorados, subproductos de procesos industriales tales como dioxinas y furanos. De igual modo, se puede aplicar una etapa de remoción de COPs en los productos de la presente invención.

Al término de esta etapa, la mezcla reaccionada se enfría hasta una temperatura entre 50 y -20 °C, preferentemente entre 50 y 0 °C, produciéndose la precipitación de una parte de las sales alcalino metálicas o sódicas formadas durante la reacción y que comprende sales de ácidos grasos saturados. El enfriamiento de la mezcla reaccionada

se puede llevar a cabo por lotes o en forma continua en un recipiente agitado, provisto de algún agitador mecánico, como turbinas de paletas planas o agitadores tipo ancla, entre otros, enfriado por pared y/o por evaporación, o recipiente tubular, preferentemente agitado mediante agitadores raspadores de superficie, u otro tipo

5 habitualmente utilizados en la cristalización de aceites y grasas. A continuación la fase sólida, que comprende las sales alcalino metálicas precipitadas, y la fase líquida de la mezcla enfriada resultante se separan por medios mecánicos como centrifugación o filtración, preferentemente mediante filtración a vacío o presión. En forma opcional la fase líquida o la fase líquida previamente concentrada mediante evaporación, se puede

10 enfriar nuevamente hasta precipitar más sólidos y luego separar la fase líquida del sólido precipitado como se ha descrito y luego someter dicha fase líquida a la etapa de acidificación siguiente.

La fase líquida separada se somete a una etapa de acidificación con un ácido o con una

15 mezcla de ácido con etanol, preferentemente ácido sulfúrico, para obtener una mezcla acidificada que comprende una fase líquida que comprende ácidos grasos libres ω -3 y una fase sólida que contiene la sal alcalino metálica o sódica del ácido. La mezcla acidificada comprende menos de 10 % en peso de agua, preferentemente menor a 5 %, lo que permite la generación de una fase líquida y un sólido suspendido en dicha fase

20 líquida. El porcentaje de ácido en la mezcla de ácido y etanol es menor a 50 % en peso. En el caso de utilizar ácido sulfúrico es recomendable preparar una solución en etanol preferentemente menor a 20 % y a una temperatura menor a 20 °C, preferentemente menor a 10 °C de modo de evitar la formación de sulfatos de etanol. La cantidad de ácido o mezcla ácido con etanol a utilizar dependerá de la alcalinidad total de la fase

25 líquida separada después de la etapa de enfriamiento, utilizándose un leve exceso, entre 1 a 10 % sobre el valor estequiométrico de la alcalinidad total. Preferentemente la sal alcalino metálica o sódica formada durante la etapa de acidificación, que es prácticamente insoluble en la mezcla acidificada, se separa de la mezcla acidificada, preferentemente por centrifugación, filtración o decantación, para obtener un líquido

30 clarificado que comprende ácidos grasos ω -3.

- La mezcla acidificada o el líquido clarificado se calienta a una temperatura entre 50 a 150 °C para hacer reaccionar los ácidos grasos con el etanol presente para formar una mezcla esterificada que comprende ésteres etílicos de los ácidos grasos. Durante la esterificación, en el caso que la etapa de acidificación se haya realizado con ácido sulfúrico, el mismo ácido sulfúrico presente actúa también como catalizador de la reacción de esterificación. No obstante, si se desea se puede agregar a la mezcla acidificada o al líquido clarificado, previo o durante su calentamiento, más ácido sulfúrico u otro catalizador de esterificación como ácido p-tolueno sulfónico. Asimismo, en caso que la etapa de acidificación se haya realizado con un ácido diferente del ácido sulfúrico, como ácido clorhídrico, a la mezcla acidificada o al líquido clarificado, previo o durante su calentamiento, se agrega un catalizador de esterificación. Es conveniente minimizar el uso de agua en las etapas anteriores ya que afecta la conversión de esterificación de los ácidos grasos.
- 15 A continuación la mezcla esterificada se contacta con una solución acuosa o etanólica de un álcali, donde el álcali se elige del grupo formado por óxido, hidróxido y carbonato de un metal alcalino, amoníaco e hidróxido de amonio, preferentemente hidróxido de sodio, para formar una mezcla neutralizada o alcalina. A continuación, los etil ésteres de ácidos grasos ω -3 se recuperan de la mezcla neutralizada mediante técnicas que resultan evidentes para una persona normalmente versada en la técnica, y que se ilustran en los ejemplos. Una alternativa de recuperación de los etil ésteres de la mezcla neutralizada o alcalina se efectúa contactando una solución etanólica de hidróxido de sodio con la mezcla esterificada para formar la mezcla neutralizada o alcalina, evaporando el solvente de la mezcla neutralizada o alcalina para formar un residuo
- 20 formado por una fase liviana, que comprende etil ésteres de ácidos grasos ω -3, y una fase pesada que comprende sales inorgánicas o glicerina y separando las dos fases por decantación o centrifugación. La fase liviana, opcionalmente, se lava con agua o una solución acuosa de una sal.
- 25
- 30 Otra alternativa consiste en contactar la mezcla esterificada con una solución acuosa de hidróxido de sodio para formar una mezcla neutralizada que contiene una fase liviana,

que comprende etil ésteres de ácidos grasos ω -3, y una fase pesada, que comprende sales inorgánicas, agua, etanol o glicerina. Las fases se separan por decantación o centrifugación. La fase liviana, opcionalmente, se lava con agua o una solución acuosa de una sal.

5

Luego, la fase liviana separada de la mezcla neutralizada, que comprende etil ésteres de ácidos grasos ω -3, se somete a una o más etapas de destilación a vacío, para obtener un concentrado de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3 con un contenido mayor a 80 %, típicamente mayor a 90 %. La etapa de destilación se realiza preferentemente en un destilador molecular o de senda corta a una temperatura entre 100 y 250 °C y una presión menor a 1 mbar. Cuando la materia prima consiste en aceite de pescado, el proceso de la presente invención típicamente permite obtener concentrados de ácidos grasos ω -3 EPA más DHA sobre 80 %.

15 El proceso inventado tiene la ventaja adicional de un alto rendimiento de recuperación de ácidos grasos ω -3 sobre 30 %, típicamente sobre 40 % de eficiencia en el caso de utilizar aceite de pescado como materia prima, un valor sorprendentemente alto en relación con los procesos del estado de la técnica. Adicionalmente, el proceso de la presente invención permite procesar materias primas con bajo contenido de ácidos grasos ω -3, sin desmedro de la alta eficiencia del proceso. Por el contrario, los procesos industriales de producción de concentrados de ácidos grasos ω -3 mediante urea y destilación molecular requieren de materias primas con alto contenido de ácidos grasos ω -3, típicamente sobre 28 %. Además, todos los subproductos de las etapas del proceso de la presente invención poseen aplicación industrial directa lo que se traduce en una utilización eficiente de una materia prima renovable.

Sorprendentemente, en el proceso divulgado no se ha detectado compuestos indeseados tales como ácidos grasos trans o productos de sulfatación de etanol, como dietil sulfato, como se evidencia a través de los ejemplos, y adicionalmente, los etil ésteres de ácidos grasos ω -3 no presentan enlaces conjugados.

30

Ejemplos

Los análisis del contenido y perfil de ácidos grasos ω -3 tanto en la materia prima como
5 en los productos se realizaron mediante los procedimientos divulgados en "Métodos
Oficiales y Prácticas Recomendadas de la AOCS", 6ta edición.

Ejemplo 1

Obtención de un concentrado de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3 a partir de aceite
10 de sardinas.

Se mezclaron 276 g de hidróxido de sodio, 6 kg de etanol al 99,2 % y 2 kg de aceite de
sardinas (SouthPacific Korp, con un contenido de ácidos grasos ω -3 de 32,9 %; EPA
16,8 % y DHA 11,3 %) en un reactor de presión de 20 l con agitación marca Parr. La
15 mezcla se calentó a 120 °C por 5 minutos bajo 250 rpm de agitación y luego se enfrió
hasta 35 °C bajo 100 rpm.

La mezcla enfriada se filtró bajo vacío en un embudo Büchner y Kitasato sobre un paño
de poliéster y se obtuvo un primer filtrado. La torta colectada en el filtro se lavó con
20 6.000 g de etanol, recuperándose un segundo filtrado que se mezcló con el primer
filtrado.

Los filtrados se mezclaron con 1.700 g de una solución de ácido sulfúrico al 10% en
etanol a 0 °C y se formó una mezcla acidificada con sólidos insolubles dispersos. Los
25 sólidos se separaron mediante centrifugación y se obtuvo una solución clarificada.

La solución clarificada se cargó en un reactor provisto de un agitador, condensador
externo y conexión a vacío. Se destiló el 70 % de la carga a presión ambiental. Luego se
cargó 25 g de ácido sulfúrico al 20% en etanol, se calentó a 76 °C por 30 minutos y se
30 enfrió a 20 °C. Posteriormente se agregó 150 g de una solución de hidróxido de sodio al
8% en etanol y se procedió a evaporar la totalidad del etanol presente hasta una presión
de 10 mbar. El residuo final se dejó decantar 5 minutos para separar aproximadamente

205 g de una fase pesada. La fase liviana se lavó con agua y se recuperó 1.056 g de etil ésteres crudos.

Los etil ésteres crudos se alimentaron a un destilador de senda corta marca UIC, modelo KDL 5 y se destiló en dos etapas. En la primera etapa se destiló la alimentación a una temperatura de chaqueta de 85 °C, temperatura de condensador interno de 5 °C y a un nivel de vacío de 0,02 mbar. Se colectó el residuo y se destiló en una segunda etapa a una temperatura de chaqueta de 110 °C, temperatura de condensador interno de 5 °C y a un nivel de vacío de 0,01 mbar, colectándose 451 g de destilado, con un contenido de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de 97,1 %; etil ésteres de EPA 45,2 % y etil ésteres de DHA 37,3 %.

El rendimiento global de recuperación de ácidos grasos ω -3 fue de 60 %.

Ejemplo 2

Obtención de un concentrado de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3 a partir de aceite de jurel.

Se mezclaron 281 g de hidróxido de sodio, 11 kg de etanol al 99,2 % y 2 kg de aceite de jurel (SouthPacific Korp, con un contenido de ácidos grasos ω -3 de 38,5 %; EPA 12,5 % y DHA 20,4 %) en un reactor de presión de 20 l con agitación marca Parr. La mezcla se calentó a 120 °C por 5 minutos bajo 250 rpm de agitación y luego se enfrió hasta 5 °C bajo 100 rpm de agitación.

La mezcla enfriada se filtró bajo vacío en un embudo Büchner y Kitasato sobre un paño de poliéster y se recuperó un primer filtrado. La torta colectada en el filtro se lavó con 3.000 g de etanol, recuperándose un segundo filtrado que se mezcló con el primer filtrado.

Los filtrados se mezclaron con 370 g de HCl al 36 %, previamente disueltos con 370 g de etanol, y se formó una mezcla acidificada con sólidos insolubles dispersos. Los sólidos se separaron mediante centrifugación para obtener una solución clarificada.

La solución clarificada se mezcló con 6 g de ácido p-tolueno sulfónico en un reactor provisto de un agitador, condensador externo y conexión a vacío. Se destiló el 70 % de la carga a presión ambiental. Posteriormente se agregó 20 g de una solución de hidróxido de sodio al 50 % y se procedió a evaporar la totalidad del etanol presente hasta una presión de 10 mbar. El residuo se dejó decantar para separar una fase pesada. La fase liviana se lavó con una solución acuosa de sulfato de sodio al 2 % en peso y se recuperó 977 g de etil ésteres crudos.

- 10 Los etil ésteres crudos se alimentaron a un destilador de senda corta marca UIC, modelo KDL 5 y se destiló en dos etapas. En la primera etapa se destiló la alimentación a una temperatura de chaqueta de 84 °C, temperatura de condensador interno a 5 °C y a un nivel de vacío de 0,02 mbar. Se colectó el residuo y se destiló en una segunda etapa a una temperatura de chaqueta de 114 °C, temperatura de condensador interno a 5 °C y a un nivel de vacío de 0,01 mbar, colectándose 508 g de destilado, con un contenido de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de 92,6 %; etil ésteres de EPA 30,2 % y etil ésteres de DHA 52,3 %.

El rendimiento global de recuperación de ácidos grasos ω -3 fue de 56 %.

Ejemplo 3

Obtención de un concentrado de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3 a partir de aceite de linaza.

Se mezclaron 560 g de hidróxido de sodio al 50 %, 10 kg de etanol al 99,2 % y 2 kg de aceite de linaza (Terrasol, con un contenido de ácidos grasos ω -3 de 51,7 %; ALA 51,7 %) en un reactor de presión de 20 l con agitación, marca Parr. La mezcla se calentó a 80 °C por 25 minutos bajo 250 rpm de agitación y luego se enfrió hasta 0 °C bajo 100 rpm.

La mezcla enfriada se filtró bajo vacío en un embudo Büchner y Kitasato sobre un paño de polipropileno y se recuperó un primer filtrado. La torta colectada en el filtro se lavó con 2.000 g de etanol, recuperándose un segundo filtrado que se mezcló con el primer filtrado.

5

Los filtrados se mezclaron con 180 g de ácido sulfúrico concentrado y se formó una mezcla acidificada con sólidos insolubles dispersos.

La mezcla acidificada se mezcló con 7 g de ácido p-tolueno sulfónico en un reactor provisto de un agitador, condensador externo y conexión a vacío. Se destiló el 70 % de la carga a presión ambiental. Posteriormente la mezcla concentrada se filtró bajo presión para obtener un clarificado al que se le agregó 20 g de una solución de hidróxido de sodio al 50 % y se procedió a evaporar la totalidad del etanol presente hasta una presión de 10 mbar. El residuo se dejó decantar y se separó la fase pesada. La fase liviana se lavó con agua y se recuperó 871 g de etil ésteres crudos.

15

Los etil ésteres crudos se alimentaron a un destilador de senda corta marca UIC, modelo KDL 5 y se destiló en dos etapas. En la primera etapa se destiló la alimentación a una temperatura de chaqueta de 72 °C, temperatura de condensador interno a 5 °C y a un nivel de vacío de 0,02 mbar. Se colectó el residuo y se destiló en una segunda etapa a una temperatura de chaqueta de 95 °C, temperatura de condensador interno a 5 °C y a un nivel de vacío de 0,01 mbar, colectándose 580 g de destilado, con un contenido de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de 89,6 %; etil ésteres de ALA 89,6 %.

20

El rendimiento global de recuperación de ácidos grasos ω -3 fue de 45 %.

25

Ejemplo 4

Obtención de un concentrado de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3 a partir de aceite de krill.

30

Se repitió el ensayo del Ejemplo 1 utilizando aceite de krill con un contenido de ácidos grasos ω -3 de 27,5 %; EPA 9,5 % y DHA 15,4 %.

- 5 Se obtuvo 354 g de destilado final, con un contenido de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de 92,3 %; etil ésteres de EPA 28,3 % y etil ésteres de DHA 56,6 %.

El rendimiento global de recuperación de ácidos grasos ω -3 fue de 54 %.

Ejemplo 5

- 10 Obtención de un concentrado de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3 a partir de una mezcla de aceite de linaza y aceite de sardina.

Se repitió el ensayo del Ejemplo 1 utilizando 500 g de aceite de linaza del Ejemplo 3 y 1.500 g de aceite de sardinas del Ejemplo 1.

- 15 Se obtuvo 514 g de destilado final, con un contenido de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de 88,9 %; etil ésteres de ALA 29,8 %; etil ésteres de EPA 26,3 % y etil ésteres de DHA 17,1 %.

- 20 El rendimiento global de recuperación de ácidos grasos ω -3 fue de 47 %.

Ejemplo 6

- 25 Obtención de un concentrado de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3 a partir de ácidos grasos de pescado.

- 30 Se mezcló 280 g de hidróxido de sodio, 10 kg de etanol al 99,2 % y 2 kg de ácidos grasos libres de pescado (SouthPacific Korp, con un contenido de ácidos grasos ω -3 de 26,8 %; EPA 13,6 % y DHA 9,2 %) en un reactor de presión de 20 l con agitación marca Parr. La mezcla se calentó a 60 °C por 15 minutos bajo 250 rpm de agitación y luego se enfrió hasta 25 °C bajo 100 rpm de agitación.

La mezcla enfriada se filtró bajo vacío en un embudo Büchner y Kitasato sobre un paño de polipropileno y se recuperó un primer filtrado. La torta colectada en el filtro se lavó con 3.000 g de etanol, recuperándose un segundo filtrado que se mezcló con el primer filtrado.

5

Los filtrados se mezclaron con 400 g de HCl al 36 %, previamente disueltos en 400 g de etanol, y se formó una mezcla acidificada con sólidos insolubles dispersos. Los sólidos se separaron mediante filtración a presión y se obtuvo una solución clarificada.

- 10 La solución clarificada se mezcló con 5 g de p-tolueno sulfónico en un reactor provisto de un agitador, condensador externo y conexión a vacío. Se destiló el 70 % de la carga a presión ambiental. Posteriormente se agregó 100 g de una solución de hidróxido de sodio al 8 % en etanol y se procedió a evaporar la totalidad del etanol presente hasta una presión de 10 mbar. El residuo de la destilación se lavó con agua. Se recuperó 820 g de
- 15 etil ésteres crudos.

- Los etil ésteres crudos se alimentaron a un destilador de senda corta marca UIC, modelo KDL 5 y se destiló en dos etapas. En la primera etapa se destiló la alimentación a una temperatura de chaqueta de 77 °C, temperatura de condensador interno a 5 °C y a un
- 20 nivel de vacío de 0,02 mbar. Se colectó el residuo y se destiló en una segunda etapa a una temperatura de chaqueta de 114 °C, temperatura de condensador interno a 5 °C y a un nivel de vacío de 0,01 mbar, colectándose 409 g de destilado, con un contenido de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de 87,0 %; etil ésteres de EPA 40,5 % y etil ésteres de DHA 33,5 %).

25

El rendimiento global de recuperación de ácidos grasos ω -3 fue de 60 %.

Ejemplo 7

- Obtención de un concentrado de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3 a partir de aceite
- 30 de pescado con bajo contenido ácidos grasos ω -3.

Se repitió el ensayo del Ejemplo 1 utilizando aceite de pescado crudo de baja calidad con un contenido de ácidos grasos ω -3 de 23,5 %; EPA 12,5 % y DHA 8,4 % y un número ácido de 19 mg KOH/g muestra.

- 5 Se obtuvo 235 g de destilado final, con un contenido de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de 90,3 %; etil ésteres de EPA 55,1 % y etil ésteres de DHA 27,5 %).

El rendimiento global de recuperación de ácidos grasos ω -3 fue de 42 %.

10 Ejemplo 8

Obtención de un concentrado de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3 a partir de aceite de sardinas.

- 15 Se mezcló 280 g de hidróxido de sodio, 6 kg de etanol al 99,2 % y 2 kg de aceite de sardinas (SouthPacific Korp, con un contenido de ácidos grasos ω -3 de 32,9 %; EPA 16,8 % y DHA 11,3 %) en un reactor de presión de 20 l con agitación marca Parr. La mezcla se calentó a 120 °C por 5 minutos bajo 250 rpm de agitación y luego se enfrió hasta 48 °C bajo 100 rpm de agitación.

- 20 La mezcla enfriada se filtró bajo vacío en un embudo Büchner y Kitasato sobre un paño de poliéster y se obtuvo un primer filtrado. La torta colectada en el filtro se lavó con 2.000 g de etanol, recuperándose un segundo filtrado que se mezcló con el primer filtrado. La mezcla de filtrados se concentró mediante evaporación hasta un 50 % de la carga, para obtener un residuo que se enfrió hasta 0 °C. El residuo frío se filtró y se
25 obtuvo un tercer filtrado.

El tercer filtrado se mezcló con 1.200 g de una solución de ácido sulfúrico al 10% en etanol a 0 °C y se formó una mezcla acidificada con sólidos insolubles dispersos. Los sólidos se separaron mediante centrifugación y se obtuvo una solución clarificada.

30

La solución clarificada se cargó en un reactor provisto de un agitador, condensador externo y conexión a vacío. Se destiló el 50 % de la carga a presión ambiental. Luego se cargó 25 g de ácido sulfúrico al 20% en etanol, se calentó a 78 °C por 30 minutos y se enfrió a 20 °C. Posteriormente se agregó 100 g de una solución de hidróxido de sodio al 8 % en etanol y se procedió a evaporar la totalidad del etanol presente hasta una presión de 10 mbar. El residuo final se dejó decantar y se separó la fase pesada. La fase liviana se lavó con agua y se recuperó 556 g de etil ésteres crudos.

Los etil ésteres crudos se alimentaron a un destilador de senda corta marca UIC, modelo KDL 5 y se destiló en dos etapas. En la primera etapa se destiló la alimentación a una temperatura de chaqueta de 88 °C, temperatura de condensador interno de 5 °C y a un nivel de vacío de 0,02 mbar. Se colectó el residuo y se destiló en una segunda etapa a una temperatura de chaqueta de 115 °C, temperatura de condensador interno de 5 °C y a un nivel de vacío de 0,01 mbar. Se obtuvo un concentrado con un contenido de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de 99,7%.

Ejemplo 9

Análisis de ácidos grasos trans en concentrados de etil ésteres de ácidos grasos ω -3.

Se analizó el contenido de ácidos grasos trans en los concentrados de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de los ensayos de los ejemplos 1 al 8 mediante cromatografía gaseosa.

No se detectó ácidos grasos trans en las muestras de concentrados de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de los ejemplos de la presente invención.

Ejemplo 10

Análisis de ácidos grasos conjugados en concentrados de etil ésteres de ácidos grasos ω -3.

Se analizó el contenido de ácidos grasos conjugados en los concentrados de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de los ensayos de los ejemplos 1 al 8 mediante espectroscopia de absorción UV.

- 5 No se detectó ácidos grasos conjugados en las muestras de concentrados de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de los ejemplos de la presente invención.

Ejemplo 11

10

Análisis de dietilsulfato (DES) en concentrados de etil ésteres de ácidos grasos ω -3.

Se analizó el contenido de DES en los concentrados de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de los ensayos de los ejemplos 1 al 8 mediante cromatografía de gases con espectrometría de masas.

15

No se detectó DES en las muestras de concentrados de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de los ejemplos de la presente invención.

20

Ejemplo 12

Determinación de Acidez Libre, Índice de Peróxidos e Índice de Anisidina.

- 25 Se determinó el valor de acidez libre, índice de peróxidos e índice de anisidina de los concentrados de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 de los ensayos de los ejemplos 1 al 8 mediante los procedimientos internacionales divulgados en la AOCS.

La acidez libre fue menor a 1 mg KOH/ g de muestra para todos los concentrados de etil ésteres de ácido grasos ω -3.

30

El índice de peróxidos fue menor a 3 meq/ kg de muestra para todos los concentrados de etil ésteres de ácido grasos ω -3.

WO 2012/088620

PCT/CL2011/000082

El valor de anisidina fue menor a 15 para todos los concentrados de etil ésteres de ácido grasos ω -3.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

REIVINDICACIONES

1. Un proceso eficiente y simple para obtener un concentrado que comprende sobre 80 % en peso de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 a partir de una composición de materia que contiene ésteres de ácidos grasos ω -3 o ácidos grasos ω -3 libres, CARACTERIZADO por que comprende las etapas de:

 - a) contactar la composición de materia con etanol de al menos 96 % en peso y un hidróxido de un metal alcalino a una temperatura entre 60 y 200 °C para formar una mezcla líquida que comprende sales alcalinas de ácidos grasos;
 - b) enfriar la mezcla líquida hasta una temperatura entre 50 y -20 °C para formar una fase sólida y una fase líquida y separar la fase líquida de la fase sólida;
 - c) contactar la fase líquida separada de etapa b) con un ácido para formar una mezcla acidificada con un contenido de agua menor a 10%, donde la mezcla consiste en una fase sólida que comprende la sal alcalino metálica del ácido y una fase líquida que comprende ácidos grasos ω -3;
 - d) calentar la mezcla de la etapa c) entre 50 a 150 °C en presencia de un catalizador de esterificación para formar una mezcla que comprende ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3;
 - e) contactar la mezcla de la etapa d) con un álcali para formar una mezcla neutralizada;
 - f) destilar la mezcla neutralizada para obtener un destilado que comprende sobre 80 % en peso de ésteres etílicos de ácidos grasos ω -3.
2. El proceso según reivindicación 1 CARACTERIZADO porque la temperatura en la etapa a) es entre 90 a 150 °C.
3. El proceso según reivindicación 2 CARACTERIZADO porque la temperatura en etapa a) es 120°C.
4. El proceso según reivindicación 1 CARACTERIZADO porque la temperatura en etapa b) es entre 50 a 0 °C.

5. El proceso según reivindicación 1 CARACTERIZADO porque el ácido en la etapa c) se elige del grupo que consiste en ácido sulfúrico y ácido clorhídrico.

5 6. Un concentrado de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 que comprende sobre 80% en peso de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 CARACTERIZADO porque los ácidos grasos ω -3 de los etil ésteres tienen la configuración todo *cis* y todos sus dobles enlaces están separados entre sí por una unidad metilénica.

10 7. Un concentrado de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 que comprende sobre 80 % en peso de etil ésteres de ácidos grasos ω -3 producido de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 al 5 CARACTERIZADO porque los ácidos grasos ω -3 de los etil ésteres tienen la configuración todo *cis* y todos sus dobles enlaces están separados entre sí por una unidad metilénica.

15

20

25

30

35

40

Brigard & Castro
BOGOTÁ - COLOMBIA

PODER

Yo (nosotros), **GOLDEN OMEGA S.A.**

domiciliado(s) Av. El Golf N° 150, piso 15, Las Condes, Santiago, Chile.

El Ministerio de Justicia de Chile
Certifica la autenticidad de la firma de
don
Santiago 19 DIC 2011
VICTORIA GOMEZ LAGOS
Oficial Subrogante de Legalizaciones

Nombro(amos) a: **JUAN PABLO CADENA SARMIENTO y/o MARTIN E. TORRES CARDOZO**, de Bogotá, Colombia, apoderados verdaderos y legales con poder especial, amplio y suficiente, para recabar de las oficinas y autoridades colombianas administrativas, judiciales y de policía, en cualquier instancia o recurso, la obtención de patentes de invención, registros de marcas, diseños industriales, modelos de utilidad, depósitos de nombres comerciales y enseññas, lemas comerciales, nombres comerciales, registros de derechos de autor y contratos sobre los mismos, obtención de certificados de obtentor de variedades vegetales, así como sus prórrogas, renovaciones, anotaciones de traspaso, cambios de nombre y/o domicilio y/o dirección; elaborar, tramitar y registrar contratos de licencia y licencias de cualesquiera clases; intervenir como demandante o como demandado en cualquier instancia y recurso ante cualquier juez, corporación, funcionario público o autoridad en acciones judiciales, administrativas y de policía tales como: oposiciones al registro de marcas; acciones de caducidad, cancelación y nulidad; acciones reivindicatorias, acciones derivadas de la obtención o explotación de licencias; acciones de competencia desleal; demandas penales; acciones de indemnización de perjuicios, reclamos y observaciones a solicitudes de patentes, diseños industriales, modelos de utilidad, en el ejercicio de medidas cautelares y en otras acciones o medidas similares.

A este efecto, lo(s) faculto(amos) para elevar solicitudes, formular descripciones, enmiendas, protestas, declaraciones, oposiciones, cancelaciones, nulidades, apelaciones y reclamos; pagar impuestos, cuotas y gravámenes prescritos por la ley; renunciar o desistir a derechos concedidos o en curso de concesión; recibir toda clase de documentos y valores, dando el descargo respectivo, y, en general, para dar ante dichas autoridades todos los pasos necesarios al efecto indicado y tomar todas las medidas que creyeran conducentes al resguardo de mis (nuestros intereses), con todas las demás facultades legales necesarias.

Este poder comprende la facultad de ratificar o confirmar en mi (nuestro) nombre lo actuado así como la facultad de desistir, transigir, comprometer, y la de sustituirlo en todo o en parte y revocar sustituciones. Asimismo nombro(amos) a: **JUAN PABLO CADENA SARMIENTO y/o MARTIN E. TORRES CARDOZO**, domiciliado(s) en la Calle 70A No. 4-41, mis (nuestros) apoderados en Colombia, con facultades para recibir notificaciones y designar apoderados judiciales o extrajudiciales.

Otorgado y firmado en

hoy 7 de Diciembre de 2011 200_

Firma

Nombre **JOAQUIN CRUZ**
Cargo **GERENTE GENERAL**

Autorizo la firma de don **JOAQUIN CRUZ SANFIEL**, C.I. N° 9.098.373-3, en representación de **GOLDEN OMEGA S.A.**, Rut 76.044.338-0, según Sesión de Directorio N° 1 de fecha 07 de Enero de 2009, ante don Félix Jara C. - Santiago, 09 de Diciembre de 2011.

Marta Gloria Achánón Toledo
NOTARIA 42 F.G.R. - 9 DIC 2011

SERGIO NOVOA GALAN
NOTARIO SUPLENTE

PAGO: IMPUESTO DE TIMBRE US\$ 7.187
FONDO ROTATORIO
CONSULADO GENERAL DE COLOMBIA
Santiago de Chile
21 DIC 2011
CERTIFICA
El Consul General de Colombia que autoriza al
presente subrogante a ejercer legalmente en la fecha allí expresada
las acciones de OFICIAL DE LEGALIZACIONES DEL MINISTERIO
DE JUSTICIA DE CHILE, y que la firma y sello que en el documento
se menciona son los que usa y acostumbra en sus actuaciones
El Consul General de Colombia por el contenido del
documento
ADELA MARIA MARES CUELLO
Consul General de Colombia

Legalizada en el Ministerio de Relaciones Exteriores de Chile
Firma del Señor
ARMANDO PARRA CASTAÑO
Oficial de Legalizaciones
19 DIC 2011

Ref: 71457-P

CERTIFICADO NOTARIAL

Certifico por la presente que GOLDEN OMEGA S.A.

es una sociedad debidamente organizada y que existe bajo las leyes de Chile y la persona que firma este documento se encuentra debidamente autorizado para la representación por y en nombre de la sociedad.

El suscrito Notario hace constar que tuvo a la vista las pruebas de la existencia de la sociedad.

Hoy
Día de
Marta Gloria Acharán Toledo
NOTARIA 42 F.G.R. - 9 DIC 2011
NOTARIO SANTIAGO

SERGIO PDD NOVIA GALAN
NOTARIO SUPLENTE

SE REQUIERE LEGALIZACION POR APOSTILLA

El Ministerio de Justicia de Chile
Certifica la autenticidad de la firma de
don
Santiago 26 ENE 2012
VICTORIA GOMEZ LAGOS
Oficial Subrogante de Legalizaciones

Legalizada en el Ministerio
de Relaciones Exteriores de Chile
Firma del señor:
ARMANDO PARRA CASTILLO
Oficial de Legalizaciones
26 ENE 2012

PAGADO: IMPUESTO DE TIMBRE US\$ 10
FONDO ROTATORIO US\$ 15
CONSULADO GENERAL DE COLOMBIA
Santiago de Chile 30 ENE 2012 N° 624
El suscrito Consul General de Colombia CERTIFICA
que el señor que autoriza al
presente documento ejerce legalmente en la fecha allí expresada
las funciones de OFICIAL DE LEGALIZACIONES DEL MINISTERIO
DE R.E.X. DE CHILE, y que la firma y sello que en el documento
aparecen como suyos son los que usa y acostumbra en sus actos
oficiales.
El Consulado no asume responsabilidad alguna por el contenido del
documento.
ADELA MARIA MAESTRE CUELLO
Consul General de Colombia

71457-7

124545 29

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	RECIBO DE CAJA	No. 13 - 0030877
		Bogotá D.C., Abril 03 de 2013 - 12:11:18

RECIBIDO DE : BRIGARD & CASTRO S.A.	NI 860.047.372
-------------------------------------	----------------

*** Soporte del Pago ***					
TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	426513194	03/04/2013	48.633.000.00

*** Conceptos Pagados ***			
CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	Vr.UNDITARIO	Vr.CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	7 TTLOS-TRAMITES DE SOL. DE DISENOS INDUSTRIALES	500.000.00	500.000.00
			\$500.000.00
=====			

SON: **QUINIENTOS MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: 

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

No. 13-105810-00000-0000
Fecha: 2013-04-25 16:33:10 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 29



No. 13-105810- -00000-0000

Fecha: 2013-04-25 16:33:10 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 29

PATENTE DE INVENCION ☐ MODELO DI

☐
☐
☐
☐
☐

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

Completa ☐ Incompleta ☐

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

☐
☐
☐
☐

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

Completa ☐ Incompleta ☐

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

☐
☐
☐
☐

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

Completa ☐ Incompleta ☐

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

☐
☐
☐
☐

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

Completa ☐ Incompleta ☐