CAVELIER
ABOGADOS

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
No. 14-023080- -00008-0000
Fecha: 2015-09-18 17:34:16 Dep: 2020 DIR.NUEVASCR
Tra: 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act: 412 REPOSPRESRECU Folios: 79

Señor Superintendente
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERC
E. S. D.

Trámite : 002
Evento : 001
Actuación : 412

Referencia	:	Expediente No. **14.023.080**
Asunto	:	Solicitud de patente para: **PROCESO DE OBTENCIÓN DE POLIURETANOS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA Y POLIURETANOS OBTENIDOS**
Solicitante	:	INDUSTRIAL AGRARIA LA PALMA LTDA. (INDUPALMA)
Fecha de solicitud	:	4 de febrero de 2014

I. RECURSO VÍA GUBERNATIVA

Yo, Luz Clemencia DE PÁEZ, en mi condición de apoderada de la sociedad **INDUSTRIAL AGRARIA LA PALMA LTDA. (INDUPALMA)** solicitante de la patente de la referencia, por el presente escrito atentamente manifiesto a usted que debidamente notificada de la Resolución No. **39033** del 30 de julio de 2015, interpongo en su contra el recurso de **REPOSICIÓN**, para que sea revocada y en consecuencia se conceda el privilegio de patente de invención para **"PROCESO DE OBTENCIÓN DE POLIURETANOS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA Y POLIURETANOS OBTENIDOS"** a favor de **INDUSTRIAL AGRARIA LA PALMA LTDA. (INDUPALMA)**.

II. OPORTUNIDAD DE LA IMPUGNACIÓN

La Resolución No. **39033** del 30 de julio de 2015, con fecha de publicación listado del 4 de agosto de 2015, fecha de vencimiento del 4 de septiembre de 2015, y fecha del término legal 18 de septiembre de 2015.

III. LA DECISIÓN RECURRIDA

3.1 Mediante la Resolución objeto de la presente impugnación, el Superintendente de Industria y Comercio decidió:

3.1.1 Denegar la patente de invención a la creación titulada: **"PROCESO DE OBTENCIÓN DE POLIURETANOS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA Y POLIURETANOS OBTENIDOS"**

3.2 En la parte motiva de la providencia, se mencionaron los siguientes fundamentos:

3.2.1 Las características esenciales de la invención de la reivindicación 1 habían sido derivadas de manera evidente previamente en los documentos D1 (*Water-borne and air-drying oil based resins)* y D2 (*Development of a Rigid Polyurethane Foam from Palm Oil*).

3.2.2 Su Despacho ha determinado que el documento D1 no menciona aceite de palma como materia prima y adicionalmente no enseña una temperatura entre 70°C y 80°C del agua de lavado de los productos intermedios.

3.2.3 Más aún, el Señor Examinador menciona que el documento D2 no menciona la reacción de maleinización con monoglicéridos bloqueados obtenidos por saponificación para la producción de polioles y posterior producción de poliuretanos por el método que emplea MEK, TDI, MEKO y TEA. Adicionalmente, dicho documento no enseña temperaturas entre 70°C y 80°C del agua de lavado de los productos intermedios.

3.2.4 Adicionalmente se ha determinado que no se evidencia un efecto técnico inesperado con el hecho de obtener un poliol a partir de aceite de palma o de otro aceite renovable a las condiciones propuestas, incluyendo el lavado de productos intermedios con agua a una temperatura entre 70°C y 80°C.

3.2.5 El documento D1 enseña la obtención de un poliol a partir de aceite de girasol, en donde el proceso posee etapas que conllevan a obtener las mismas características del monoglicérido bloqueado, del poliol y del barniz de poliuretano, donde el poliuretano obtenido presenta buenas propiedades físicas y mecánicas como dureza, adherencia, resistencia al impacto, flexión.

3.2.6 El Problema Técnico Objetivo que la solicitud pretende resolver se formula como: "¿cómo modificar el proceso conocido en D1 para obtener un poliuretano con buenas propiedades físicas y mecánicas a partir de polioles provenientes una materia prima alternativa?"

3.2.7 El empleo de aceite de palma como triglicérido para obtener un poliol y su posterior uso para obtener un poliuretano, ya está divulgado en el documento D2 que se refiere a la obtención, a partir de aceite de palma, de polioles adecuados para realizar espumas rígidas.

3.2.8 Una persona versada en la materia incluiría el aceite de palma como materia prima para la obtención del poliol y asimismo incluiría el poliol de D2 en el procedimiento para la fabricación de poliuretano de la anterioridad D1, esperando con certeza lograr el método como el de la reivindicación 1, lo cual es considerado obvio y sin altura inventiva.

3.2.9 Dado que la invención no muestra un efecto técnico sorprendente en relación al estado de la técnica, una persona versada en la materia con el saber general de la técnica y con una serie de conocimientos específicos de la invención, estaría motivada a lavar los productos intermedios entre 60°C y 70°C para eliminar acidez en el proceso que se da a conocer en el documento D1, para obtener un poliol libre de impurezas para obtener posteriormente un poliuretano, como se encuentra reclamado en la reivindicación 1 de la solicitud, por lo cual se considera obvia.

3.2.10 Las reivindicaciones 1 y 17 a 21 no se ajustan a los parámetros establecidos en el artículo 30 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, porque incluye los términos generales "catalizador" y "surfactante".

3.2.11 Además, se incluyen resultados a obtener mediante la mención del número de hidroxilo, densidad, módulo de Young y esfuerzo máximo del poliol y del poliureatano obtenidos, lo cual no es permitido porque las reivindicaciones incluirían no sólo la solución propuesta por el solicitante, sino todas las alternativas presentes o futuras que lleguen a ese resultado.

3.2.12 Los resultados reportados presentan discrepancia con el capítulo reivindicatorio, ya que para la presente solicitud divisional, en la tabla resumen de composiciones y procedimientos se encuentra que (ruta 1, método 2) se obtienen polioles intermedios y poliuretanos diferentes a los caracterizados por densidad, módulo de Young y esfuerzo máximos (rutas combinadas 2 y 4); por lo que la presente solicitud carece de suficiencia para que una persona versada en la materia técnica, pueda ejecutar los métodos reclamados esperando una espuma rígida tal como la reclama la solicitante.

3.2.13 Las demás solicitudes fraccionarias y la solicitud parental reclaman los mismos productos a partir de métodos completamente diferentes, por lo cual dichos productos no tienen altura inventiva. Además, los ejemplos citados en la descripción muestran que se obtiene un barniz y no una espuma rígida.

3.2.14 El documento D2 soluciona el problema técnico planteado en el análisis de nivel inventivo, dado que proporciona el aceite de palma como materia prima alternativa para la obtención de polioles, ya que el procesa que se enseña en D1 proporciona las reacciones y condiciones necesarias para la obtención del poliuretano de la presente solicitud.

IV. OBJETO DEL RECURSO

De acuerdo con los argumentos que expongo a continuación, solicito atentamente a su Despacho lo siguiente:

1. Revocar la Resolución No. **39033** del 4 de febrero de 2014.

2. Conceder el privilegio de patente de invención para para **"PROCESO DE OBTENCIÓN DE POLIURETANOS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA Y POLIURETANOS OBTENIDOS"** a favor de **INDUSTRIAL AGRARIA LA PALMA LTDA. (INDUPALMA)**.

V. MODIFICACIÓN DE UNA SOLICITUD EN TRÁMITE

De acuerdo con el artículo 34 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, donde se establece que la modificación de una solicitud es posible en cualquier momento del trámite mientras no implique una ampliación de la solicitud inicial, me permito presentar un nuevo pliego reivindicatorio conformado por 17 reivindicaciones. Adicionalmente, se presenta un nuevo capítulo descriptivo, en donde se ha modificado la tabla de resumen de experimentos al final del texto y se han incluido las características estructurales de la silicona 193C.

Por lo tanto, los argumentos esgrimidos a continuación con respecto a la patentabilidad de la invención, en los términos del capítulo reivindicatorio modificado, resultan plenamente predicables del capítulo reivindicatorio sobre el cual la patente fue

negada. En efecto, la no ampliación de la materia en el nuevo pliego es evidencia suficiente de que el presente recurso controvierte el análisis de patentabilidad efectuado por su Despacho, de tal manera que el presente recurso cumple con los requisitos de ley para su aceptación y trámite.

VI. FUNDAMENTOS DEL RECURSO

Respetuosamente me permito disentir de lo expuesto por ese Despacho en la Resolución objeto del presente recurso, toda vez que la presente solicitud sí cumple con los requerimientos de claridad, novedad y nivel inventivo exigidos en la Decisión 486, como se demostrará a continuación:

Fundamentos de la petición principal

6.1 <u>La presente solicitud sí es clara</u>

Teniendo en cuenta el nuevo pliego reivindicatorio que se presenta junto con este recurso, se desean resaltar las siguientes modificaciones:

En primer lugar, se han restringido los términos "catalizador" y "surfactante" en la reivindicación 1, de manera que ahora es claro que el catalizador empleado es ácido toluen sulfónico y el surfactante es un copolimero tipo polieter (silicona 193 C). En el nuevo capítulo descriptivo se especifican estas características que la silicona 193C. Igualmente, se ha eliminado la reivindicación 14, la cual especificaba otras opciones de catalizador.

Con respecto a las antiguas reivindicaciones 20 y 21, las cuales caracterizaban un poliuretano mediante su densidad, módulo de Young y esfuerzo máximo, se aclara que las mismas han sido eliminadas el nuevo pliego reivindicatorio debido a que como asegura el Señor Examinador, el método reivindicado obtiene como producto una emulsión de poliuretano y no un producto sólido, por lo que las características previamente mencionadas no aplican, al ser solamente realizadas a productos sólidos.

Las características divulgadas en la antigua reivindicación 2 han sido incluidas en la reivindicación 1, ya que resulta indispensable identificar explícitamente dentro del método las características del poliol a las que se debe llegar, puesto que este se convierte en un elemento de control del procedimiento. Por consiguiente, si la persona

versada en la materia que se encuentra reproduciendo la invención para obtener poliuretano, encuentra dentro de la etapa b) divulgada en la reivindicación 1 que no ha alcanzado un poliol que cumpla con las características descritas, identifica entonces que tiene un error dentro de su procedimiento y debe suspender el proceso, puesto que si el poliol no cumple con estas características, no se podrá obtener el poliuretano deseado. Adicionalmente, el peso molecular y el número de hidroxilo del poliol no son resultados a alcanzar, sino que son características que definen apropiadamente la estructura del poliol producido y que adicionalmente juegan el rol de parámetros de control dentro del método que se reclama.

Adicionalmente, cabe la pena resaltar que los ejemplos 2 y 11 presentan soporte suficiente para el método reivindicado mediante el cual se obtiene un poliol por medio del método de la ruta 1 y un barniz de poliuretano a partir de dicho poliol, mediante el segundo método. Adicionalmente, se ha modificado la tabla al final del capítulo descriptivo, para dar soporte apropiado a estas rutas.

Así pues, es claro que la protección no se extiende a otras posibles variaciones o modificaciones y por consiguiente la objeción relacionada con la claridad del pliego reivindicatorio debe darse por superada. Lo anterior, teniendo en cuenta que el nuevo pliego reivindicatorio cumple los requerimientos establecidos en el artículo 30 de la Decisión 486.

6.2 La presente solicitud sí tiene nivel inventivo

A pesar de lo anterior y con el fin de demostrar que la presente solicitud cumple no sólo con el requerimiento de novedad sino también con el requerimiento de nivel inventivo, se pone de presente lo siguiente:

El artículo 18 de la Decisión 486 señala lo siguiente:

*"**Artículo 18.-** Se considerará que una invención tiene nivel inventivo, si para una persona del oficio normalmente versada en la materia técnica correspondiente, esa invención no hubiese resultado obvia ni se hubiese derivado de manera evidente del estado de la técnica."*

Consecuentemente, una invención se considerará inventiva si la misma no hubiese resultado obvia a partir del arte previo, para una persona del oficio normalmente versada en la materia. Esto a su vez implica que el Examinador a cargo de esta evaluación debe colocarse en el momento exacto en el que el inventor buscaba resolver el problema técnico contemplado en la solicitud y para el cual poseía la literatura y el conocimiento disponibles en dicho momento.

Siguiendo entonces los lineamientos de la Jurisprudencia aplicable al análisis del nivel inventivo de una solicitud de patente, se considera que una anterioridad o una combinación de dos anterioridades puede afectar dicho requerimiento de patentabilidad, si una persona medianamente versada en la materia encuentra enseñanzas o sugerencias claras que, a partir de un conocimiento medio en dicho campo, le permitan llegar de manera obvia a la invención reivindicada. Adicionalmente se considera que una mejora sustancial, un efecto inesperado o una ventaja con respecto al arte previo es un indicio de nivel inventivo, por cuanto aporta un salto tecnológico en la regla técnica.

Respecto a lo anterior, el Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina ha expuesto en la Interpretación Prejudicial del proceso 13-IP-2010:

> *"En este orden de ideas, se puede concluir que una invención goza de nivel inventivo cuando a los ojos de un experto medio en el asunto de que se trate, se necesita algo más que la simple aplicación de los conocimientos técnicos en la materia para llegar a ella, es decir, que de conformidad con el estado de la técnica el invento no es consecuencia clara y directa de dicho estado".*
> [señalado fuera del texto]

Por lo anterior, se entiende que para que una persona medianamente versada en la materia pudiera derivar de manera obvia una invención, requeriría simplemente aplicar sus conocimientos técnicos. En contraste, todo aquello que va más allá de la simple aplicación de los conocimientos técnicos y que no ha sido revelado en el estado de la técnica, debe ser considerado inventivo.

A este respecto, respetuosamente manifestamos nuestro desacuerdo con el análisis llevado a cabo por el Examinador y con las conclusiones del mismo y solicitamos atentamente la reconsideración de las razones por las cuales se decidió negar la patente, con base en la siguiente información:

En primer lugar, con respecto a la afirmación del Señor Examinador mediante la cual establece que no se evidencia un efecto técnico inesperado con el hecho de obtener un poliol a partir de aceite de palma o de otro aceite renovable a las condiciones propuestas, se debe tener en cuenta que el aceite de palma presenta una de las menores viscosidades entre los aceites vegetales usualmente utilizados para la producción de polioles, por ejemplo, cuando se compara con el aceite de higuerilla, que es uno de los aceites vegetales más utilizados para este fin. Una menos viscosidad se traduce en una mayor facilidad para el procesamiento de los polioles obtenidos, lo que muestra una ventaja importante en comparación con la utilización de otras materias primas.

Una ventaja importante del aceite de palma es el porcentaje de insaturaciones (principalmente de ácido oleico 33-44% y ácido linoleico 8-12%) que posee, el cual permite a través de los dobles enlaces poder funcionalizar la cadena carbonada introduciendo los grupos funcionales deseados y además poder extender la cadena permitiendo crear polioles con un alto valor de hidroxilos, el cual es idóneo para la producción de poliuretanos con características mejoradas.

Adicionalmente, se desea enfatizar en que un cambio de materia prima no resulta obvio para la persona media versada en la materia. La persona versada nunca considera que cualquier aceite equivalga a un aceite de palma y que sea factible su intercambio directamente en cualquier proceso. Para sustentar aún más esto, por favor tengan en cuenta el siguiente cuadro extraído de Bueno Ferrer (BUENO FERRER, Carmen. "*Bio-compuestos termoplásticos basados en aceites vegetales*". El documento se encuentra en http://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/26479/1/Tesis_Bueno%20Ferrer.pdf).

Este documento ilustra las características totalmente diferentes del aceite de palma en relación a otro tipo de aceites:

Tabla 2.1. Contenido en ácidos grasos presentes en distintos aceites vegetales (expresado en g ácido graso/100 g aceite).

Ácido graso	C:DE[a]	Algodón	Colza	Girasol	Linaza	Maíz	Oliva	Palma	Ricino	Soja
Mirístico	14:0	0,7	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	1,0	0,0	0,1
Miristoleico	14:1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Palmítico	16:0	21,6	4,1	6,1	5,5	10,9	13,7	44,4	1,5	11,0
Palmitoleico	16:1	0,6	0,3	0,0	0,0	0,2	1,2	0,2	0,0	0,1
Esteárico	18:0	2,6	1,8	3,9	3,5	2,0	2,5	4,1	0,5	4,0
Oleico	18:1	18,6	60,9	42,6	19,1	25,4	71,1	39,3	5,0	23,4
Linoleico	18:2	54,4	21,0	46,4	15,3	59,6	10,0	10,0	4,0	53,2
Linolénico	18:3	0,7	8,8	1,0	56,6	1,2	0,6	0,4	0,5	7,8
Ricinoleico	18:1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	87,5	0,0
Araquídico	20:0	0,3	0,7	0,0	0,0	0,4	0,9	0,3	0,0	0,3
Gadoleico	20:1	0,0	1,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Eicosadienoico	20:2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Behénico	22:1	0,2	0,3	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1
Erúcico	22:1	0,0	0,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Lignocérico	24:0	0,0	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
DE/triglicérido		3,9	3,9	4,7	6,6	4,5	2,8	1,8	2,7	4,6
Índice de yodo (I)		104-117	91-108	110-143	168-204	107-120	84-86	44-58	82-88	117-143

a Nomenclatura de los ácidos grasos: C, número de átomos de carbono; DE, número de dobles enlaces C = C

Los componentes fundamentales de los aceites **son totalmente diferentes** y los procesos fisicoquímicos llevado a cabo con ellos dan como resultado productos con propiedades totalmente diferentes. Por ejemplo, el ácido ricinoleico del aceite de ricino representa el 87,5% de su composición mientras que no existe en el aceite de palma. Esto por citar sólo una característica en un ejemplo puntal. Por este motivo una persona versada en la materia no se vería motivada a elegir aceite de palma como reemplazo de cualquier aceite de origen vegetal, ya que los componentes de estos aceites pueden ser bastante diferentes, al provenir de diferentes materias vegetales.

En cuanto a los comentarios del Señor Examinador de acuerdo con los cuales el lavado de productos intermedios con agua a una temperatura entre 70°C y 80°C tampoco lleva a un efecto inesperado, se resalta que dentro del procedimiento de lavado del producto de reacción obtenido en este paso, es fundamental el lavado en la temperatura especificada, ya que a temperaturas menores no se obtienen buenos resultados en esta etapa y no se da una buena separación del producto deseado de sus impurezas. El Examinador asegura que la selección de este rango de temperaturas hace parte del conocimiento general de una persona versada en la materia. Sin embargo, un técnico con conocimientos en este campo sería incapaz de seleccionar al azar este rango de temperaturas para lograr un efecto mejorado como una simple práctica rutinaria. La selección de este parámetro resulta de una labor inventiva, al encontrar cuál es el rango de temperaturas que logra tener un efecto mejorado al momento de realizar el lavado de los productos intermedios, con el fin de tener una separación más eficiente de impurezas y así llegar a un producto más puro.

Con respecto a lo anterior, se resalta que la GUÍA PARA EXAMEN DE SOLICITUDES DE PATENTE DE INVENCIÓN Y MODELO DE UTILIDAD menciona que si el solicitante demuestra que su invención ofrece un efecto mejorado frente a lo ya conocido, el Examinador deberá analizar si dicha información manifiesta un aporte al estado de la técnica y de esta manera llegar a la conclusión que la invención tiene nivel

inventivo. De acuerdo con lo anterior, al quedar claro que el rango de temperaturas reivindicado es clave para lograr una mejor separación de impurezas en el lavado de productos intermedios y que dicho rango no se encuentra divulgado en el arte previo, es evidente que se debe reconocer la altura inventiva del método reivindicado.

Adicionalmente, como el Examinador reconoce, el documento D2 no menciona la reacción de maleinización con monoglicéridos bloqueados obtenidos por saponificación para la producción de polioles ni la posterior producción de poliuretanos por el método indicado que emplea MEK, TDI, MEKO y TEA. Por esto motivo, la persona versada en la materia nunca se vería motivada a utilizar el aceite de palma del documento D2 en el método del documento D1; simplemente no hay evidencia alguna que le sugiera a la persona con conocimientos medios en el campo técnico que el aceite de palma podrá ser útil en el proceso del documento D1, el cual utiliza un método de producción completamente diferente al divulgado en el documento D2. Las reacciones químicas y los reactivos mediante los cuales se transforma el aceite de palma en el documento D2 son en su totalidad diferentes a los utilizados para producir polioles y posteriormente poliuretanos en el documento D1. Por este motivo, resulta inviable para la persona versada en la materia pensar que la materia prima utilizada para producir polioles y poliuretanos en D1 puede ser reemplazada por el aceite de palma mencionado en el documento D2 que se refiere una ruta de síntesis completamente diferente. La persona versada en la materia sabe con seguridad que no hay manera de predecir con certeza que el aceite de palma vaya a ser exitoso si es utilizado como materia prima en el método divulgado en el documento D1. Es así como la invención no resulta obvia en vista de las enseñanzas del arte previo citado.

En consecuencia de lo anterior, la invención de la presente solicitud de patente tiene nivel inventivo en vista de los documentos D1 y D2 del estado de la técnica citados por el Examinador.

Conclusión

El documento D1, el documento D2, o su combinación no resultan anterioridades válidas capaces de afectar la novedad y el nivel inventivo de la invención de la presente solicitud.

VII. PETICIÓN

Por todo lo anterior, solicito a ese Despacho lo siguiente:

Petición principal:

7.1 Que al considerar las razones precedentes se revoque la decisión contenida en la Resolución No. **39033** del 30 de julio de 2015, en cuanto resuelve negar el privilegio de patente de invención.

7.2. Que se acepte el nuevo pliego reivindicatorio presentado con este escrito, conformado por 17 reivindicaciones.

7.3. Que se otorgue el privilegio de patente de invención para **"PROCESO DE OBTENCIÓN DE POLIURETANOS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA Y POLIURETANOS OBTENIDOS"** a favor de **INDUSTRIAL AGRARIA LA PALMA LTDA. (INDUPALMA)**.

VIII. NOMBRE Y DIRECCIÓN

El nombre y la dirección del solicitante recurrente son los siguientes:

INDUSTRIAL AGRARIA LA PALMA LTDA. (INDUPALMA).
Calle 67 No. 7-94,
Bogotá,
Colombia

IX. ANEXOS

- Formulario de modificaciones en solicitud pendiente
- Recibo por concepto de presentación de modificaciones a las reivindicaciones por valor de $ 132.000
- Nuevo pliego reivindicatorio conformado por 17 reivindicaciones

CAVELIER
ABOGADOS

- Nuevo capítulo descriptivo

X. NOTIFICACIONES

Atentamente manifiesto a usted que recibiré notificaciones en la Secretaria de su Despacho o en mi oficina de abogada situada en la Carrera 4ª. No. 72-35, piso 4°, de esta ciudad de Bogotá, D.C.

Señor Superintendente,

LUZ CLEMENCIA DE PÁEZ
C.C. 35.456.344 de Usaquén
T.P.A. No. 23.555

COLO-18331-0801-0002-6
GCH\GCH\ID-282987\WPC18331
No. M-2015-282987\GCH

13

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Espacio reservado para el adhesivo de radicación

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
MODIFICACIONES Y/O CORRECCIONES

1. **Identificación del Tramite**

☐ **Error material** ☒ **Modificación a una Solicitud en trámite**

☒ Patente de Invención

☐ Patente de Modelo de Utilidad

☐ Registro de Diseño Industrial

☐ Esquema de Trazado de Circuitos Integrados

2. **Datos del solicitante**

Persona Natural ☐ Persona Jurídica ☒

INDUSTRIAL AGRARIA LA PALMA LTDA. (INDUPALMA)

Nombre o denominación / Nombre o razón social completa

Nombre representante legal

Tipo de empresa Micro ☐ Pequeña ☐ Mediana ☐ Otra ☐

Documento de identificación: ☐ C.C. ☐ C.E. ☐ NIT ☐ Otro Número_____

Nacionalidad/País de constitución	Dirección y domicilio del titular	Ciudad
Colombia	Calle 67 No. 7-94, Bogotá, Colombia	Bogotá
Dirección electrónica	**No. Fax**	**Número telefónico**
clientes@cavelier.com	2 11 86 50	3 47 36 11

☐ **Autorizo expresamente a la Superintendencia de Industria y Comercio para que todas las comunicaciones sean enviadas a través de la dirección de correo electrónico**

3. **Datos del apoderado:**

Apellidos y Nombre	Documento de identificación	Tarjeta profesional
De Páez Luz Clemencia	C.C. 35.456.344	T.P.A. 23.555

Dirección y domicilio		Ciudad
Carrera 4ª No. 72 –35		Bogotá
Dirección electrónica	**No. Fax**	**Número telefónico**
cavelier@cavelier.com	2 11 86 50	3 47 36 11
En caso de haber presentado poder general para asuntos que se adelanten ante la Delegatura de Propiedad Industrial, sírvase indicar el número de su radicación o protocolo de poder general		

14

4. Datos del trámite

Corrección:

Expediente No 14.023.080

Aparece

Debe ser

Modificación:

☒ **Modificación al capítulo reivindicatorio.**
Presento nuevo capítulo reivindicatorio compuesto por 17 reivindicaciones y pido respetuosamente que el examen de patentabilidad sea realizado sobre estas nuevas reivindicaciones presentadas. Respetuosamente manifiesto que a pesar de eliminar materia del pliego reivindicatorio originalmente presentado, mi representada no renuncia a la protección que pueda obtener sobre dicha materia y además se reserva el derecho de presentar una solicitud divisional que la contenga durante el trámite de la presente solicitud, beneficiándose de la fecha de prioridad inicialmente reivindicada.

5. Anexos

☒ Comprobante de pago de la tasa para la presentación de la corrección y/o modificación por $132.000.

☒ Documento que contiene las modificaciones o correcciones.

☐ Comprobante de pago por reivindicaciones adicionales después de la décima reivindicación por.

6. Firma	
Nombre y apellidos **LUZ CLEMENCIA DE PAEZ**	Firma Luz Clemencia de Páez
C.C. 35.456.344 DE Usaquén	Tarjeta Profesional 23.555

GCH\SDC\ID-AF417795\WPC18331

REIVINDICACIONES MODIFICADAS

1. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma **CARACTERIZADO PORQUE** consta de los siguientes pasos
   a) mezclar, calentar y agitar aceite de palma con hidróxido de sodio y una solución etanol-agua 1:1
   b) adicionar ácido sulfúrico concentrado a la mezcla del paso a) hasta que se observe la separación de las fases
   c) adicionar solución saturada de cloruro de sodio a la mezcla del paso b)
   d) descartar la fase acuosa obtenida en el paso c), después de la completa separación de las fases
   e) lavar con agua a una temperatura entre 70°C y 80 °C la fase orgánica restante del paso d)
   f) calentar y agitar la fase orgánica del paso e) y someter a evaporación al vacío obteniéndose los ácidos grasos
   g) mezclar los ácidos grasos obtenidos en el paso f) con glicerol previamente bloqueado y un catalizador, calentar y agitar, en donde el catalizador es ácido toluen sulfónico.
   h) lavar con agua a una temperatura entre 70°C y 80°C la mezcla del paso g)
   i) separar la fase acuosa obtenida en el paso h) y descartarla
   j) tratar la fase orgánica restante en el paso i) mediante evaporación al vacío para obtener monoglicérido bloqueado
   k) adicionar al monoglicérido bloqueado del paso j) anhídrido maléico, calentar y agitar bajo atmósfera de nitrógeno
   l) enfriar la mezcla del paso k) hasta 100ºC
   m) adicionar ácido sulfúrico al producto de la reacción del paso l)
   n) lavar con agua a una temperatura entre 70°C y 80°C y decantar el producto de reacción obtenido en el paso m)
   o) separar la fase acuosa obtenida en el paso m)
   p) lavar la fase orgánica obtenida en el paso m)
   q) evaporar la fase orgánica del paso n) para obtener el poliol
   r) al poliol obtenido del paso q), el cual tiene un peso molecular entre 374 y 3366 con un número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra, se le adiciona surfactante y metil etil cetona y hacer reaccionar la mezcla a una temperatura de 50°C durante un período de treinta minutos, en donde el surfactante es un copolimero tipo polieter.
   s) Adicionar toluen diisocianato con agitación mecánica a una temperatura de 70°C
   t) Enfriar a 50°C
   u) Adicionar metil etil cetóxima hasta bloquear los grupos NCO libres
   v) Adicionar trietilamina en un reactor agitado

w) Adicionar agua, gota a gota, para formar una emulsión en una cantidad de 50% en peso.

2. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** la temperatura de calentamiento en el paso a) varía entre 75°C y 85°C y el tiempo de reacción varía entre 28 y 32 minutos.

3. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** el paso de lavado e) se realiza hasta que el pH esté entre 6 y 8.

4. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** la fase orgánica del paso f) se calienta a una temperatura entre 75°C y 85°C.

5. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** el glicerol previamente bloqueado del paso g) se obtiene a partir de los siguientes pasos:

    a. mezclar glicerol, MEK (metil etil cetona), ácido toluen sulfónico como catalizador y tolueno

    b. calentar la mezcla del paso a) a una temperatura entre 85 y 95°C por un tiempo entre 110 y 130 minutos para obtener glicerol bloqueado.

6. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** la mezcla del paso f) es calentada a una temperatura entre 75°C y 85 °C, durante un tiempo entre 2 y 3 horas.

7. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** el paso de lavado h) se realiza hasta que el pH esté entre 6 y 8.

8. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** la evaporación del paso j) se lleva a cabo a una temperatura entre 85°C y 95ºC y durante un periodo entre 3 y 4 horas.

9. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** la temperatura de reacción en el paso k) varía entre 190°C y 210 °C y el tiempo de reacción varía entre 170 y 190 minutos.

10. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** el enfriamiento del paso l) se realiza hasta que la mezcla adquiere una temperatura de 100°C, con agitación permanente.

11. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** en el paso n) el tiempo de reacción varía entre 50 y 70 minutos.

12. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma de acuerdo con la reivindicación 1 **CARACTERIZADO PORQUE** la evaporación del paso q) se lleva a cabo a una temperatura entre 75°C y 85°C y durante un periodo entre 1 y 2 horas.

13. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma **CARACTERIZADO PORQUE** la fuente de aceite de palma en el paso a) es la fase oleína del aceite de palma crudo.

14. Proceso para la obtención de poliuretanos a partir de aceite de palma **CARACTERIZADO PORQUE** la fuente de aceite de palma en el paso a) es la fase oleína del refinado blanqueado y desodorizado del aceite de palma.

15. Poliuretano **CARACTERIZADO PORQUE** se obtiene por el proceso de la reivindicación 1.

16. Poliuretano **CARACTERIZADO PORQUE** se obtiene por el proceso de la reivindicación 15

17. Poliuretano **CARACTERIZADO PORQUE** se obtiene por el proceso de la reivindicación 16

16

PROCESO DE OBTENCIÓN DE POLIURETANOS A PARTIR DE ACEITE DE PALMA Y POLIURETANOS OBTENIDOS

CAMPO DE LA INVENCIÓN

Los polímeros sintéticos fueron inventados hace aproximadamente 60 años y desde entonces se han obtenido numerosos progresos en el campo de sus aplicaciones. El poliuretano es un polímero que se obtiene mediante condensación de polioles combinados con poliisocianatos. Se subdivide en dos grandes grupos: termoestables y termoplásticos. Los poliuretanos termoestables más habituales son espumas muy utilizadas como aislantes térmicos y como espumas resilientes, pero también existen poliuretanos que son elastómeros, adhesivos y selladores de alto rendimiento, pinturas, fibras, sellantes para embalajes, juntas, preservativos, componentes de automóvil, en la industria de la construcción, del mueble y múltiples aplicaciones más.

Los polioles utilizados en la producción de poliuretanos son generalmente compuestos con peso molecular en el rango de 500 a 5000 g/mol. Dependiendo de la longitud de la cadena de estos dioles y glicoles, las propiedades de los poliuretanos cambian. Si el poliol tiene un peso molecular bajo, éste crea plásticos rígidos, y si tiene peso molecular alto, produce elastómeros flexibles. Los polioles son sustancias reactivas, usualmente líquidas, que contienen al menos dos grupos reactivos al isocianato ligados a una sola molécula. Ellos tienen un profundo efecto en las propiedades del poliuretano terminado. Las propiedades de los polímeros se asocian con las ligaciones isocianato, pero la estructura del poliol ejerce una acción directa en las propiedades de procesamiento y terminado del polímero.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

Los polioles empleados en la industria de la producción de poliuretanos son derivados generalmente del petróleo; sin embargo, existe actualmente la tendencia de usar fuentes renovables, tal como aceites vegetales, para la producción de polioles basados en dichos aceites.

La producción de polioles a partir de aceites vegetales ha sido descrita en varios documentos del estado del arte:

La solicitud de patente Estadounidense US 20070232816 revela un proceso para la producción de un monómero de poliol el cual consiste en hacer reaccionar un ácido graso insaturado o sus triglicéridos correspondientes con un alcohol polihídrico en presencia de un catalizador y un emulsificante con el fin de preparar un monoglicérido. Dicho proceso

19

comprende además una etapa de epoxidación de los ácidos grasos insaturados de dicho monoglicérido y una etapa de reacción de monoglicérido epoxidado con un alcohol polihídrico.

La publicación WO/2006/012344 provee métodos para la preparación de polioles insaturados a base de aceites vegetales modificados, así como también métodos para la producción de polioles oligoméricos a base de aceites vegetales modificados. Esta publicación muestra el método de elaboración de un poliol oligomérico a base de aceite vegetal modificado, en donde se hace reaccionar una mezcla que comprende un aceite vegetal epoxidado y un compuesto que permite la apertura del anillo para formar un poliol oligomérico a base de aceite vegetal modificado, donde el poliol oligomérico a base de aceite vegetal modificado comprende al menos un 20% de oligómeros y una viscosidad a 25°C menor a aproximadamente 8 Pa·s.

La publicación WO/2009/058367 al igual que la publicación WO/2009/058368 hace referencia a métodos para la obtención de un poliol poliéster a partir de aceites naturales. Dicho método comprende la etapa de hacer reaccionar los ácidos grasos monohidroxilados con un iniciador multifuncional reactivo a los esteres para formar el poliol poliéster. Este documento revela un proceso en donde se realiza una metanólisis de aceites (Girasol, Soya, Canola) seguida de un proceso de epoxidación.

La solicitud de patente Estadounidense US 6,433,121 revela un método para la producción de polioles basados en aceites naturales mediante el uso de un proceso de dos etapas consecutivas que involucra epoxidación e hidroxilación; en este documento se menciona de manera general que el aceite de palma puede ser usado; sin embargo, sin ser limitante, la modalidad preferente de la invención corresponde al uso de aceite de soya.

La publicación WO/2009/058368 revela métodos para la obtención de un poliol poliéster a partir de aceites naturales. Dicho método comprende una etapa de reacción de los ácidos grasos hidroxilados con un iniciador multifuncional reactivo a los esteres para formar el poliol poliéster. El proceso revelado en dicho documento realiza una metanólisis de aceites (Girasol, Soya, Canola) seguida de un proceso de epoxidación. Adicionalmente, se menciona en el documento de manera general, que el aceite de palma podría ser empleado en el proceso.

En la investigación publicada en el artículo G. Ruiz Avilés "*Obtención y caracterización de un polímero biodegradable a partir de almidón de yuca*" Ingeniería y Ciencia, Medellín, 2006, se obtiene un polímero biodegradable a partir del almidón de yuca al procesar mezclas de almidón modificado con glicerina y agua como plastificantes, utilizando un

molino abierto y una extrusora de mono husillo. Las variables a controlar durante la extrusión son: perfil de temperatura, torque y velocidad de rotación del husillo. El polímero obtenido tiene aplicaciones en empaques para alimentos y bolsas para basura.

Por otra parte, el artículo H. Yeganeh, P. et al. *"Preparation and properties of novel biodegradable polyurethane networks based on castor oil and poly(ethylene glycol)"*, Polymer Degradation and Stability 92, Iran, 2007, revela un método de preparación de poliuretano con polioles obtenidos a partir de aceite de ricino y mezclas con polietilenglicol que fueron sintetizados mediante la reacción del prepolímero con 1,6 hexametilendiisocianato. El polímero obtenido tiene una tasa de biodegradabilidad compatible para ser usado en aplicaciones biomédicas.

El artículo S. Ahmad, Md, et al. "*Urethane modified boron filled polyesteramide: a novel anti-microbial polymer from a sustainable resource*" European Polymer Journal, 2004 describe un procedimiento para la obtención de un polímero antimicrobiano a partir de aceite de soya; el polímero está compuesto de poliesteremida relleno con boro que se polimeriza para formar un uretano poliesteramida. Al material obtenido se le evaluó la actividad antimicrobiana y anti fúngica, comprobando que las diferentes composiciones cumplen con la inhibición del crecimiento microbiano.

Otro artículo V. Sharma, et al. "*Addition polymers from natural oils: A review*" Prog. Polym. Sci. 31, India, resume los aspectos teóricos de la producción de polímeros desde fuentes renovables, en especial de aceites vegetales, mostrando las diferencias en la estructura de cada aceite y su influencia en las propiedades del polímero. Plantea diversas alternativas de aceites naturales como soya, maíz, tung, semillas de lino, higuerilla y aceite de pescado para la producción de materiales poliméricos.

Por último, el artículo G. Gündüzb, et al. "*Water-borne and air-drying oil-based resins*", Progress in Organic Coatings 49, Turquía 2003, presenta un procedimiento para la preparación de poliuretano disperso en agua para aplicarse como barniz. La resina se produjo por la preparación de un monoglicérido maleinizado, TDI como isocianato, silicona y etilendiamina. Para este desarrollo se empleó aceite de girasol como fuente renovable para producir los monoglicéridos.

El aceite de palma es el segundo aceite vegetal más cosechado en el mundo seguido del aceite de soya, el 90 % del aceite que se produce se exporta desde Malasia e Indonesia. El aceite de palma se deriva de los frutos de racimos de la palma, es semisólido a temperatura ambiente por la combinación de triglicéridos de alto y bajo punto de fusión y de un color rojo - naranja debido a la alta cantidad de carotenos. Está compuesto

principalmente por ácidos grasos, las cantidades típicas de estos ácidos son: 45% palmítico, 40% oleico, 10% linoléico y 5% esteárico. Gracias a su buena resistencia a la oxidación y al calentamiento a elevadas temperaturas, el aceite de palma es empleado en diversas industrias por su buen desempeño y economía. En términos energéticos el aceite de palma requiere menos energía para la producción de una tonelada que otros aceites tales como el de soya y colza.

Inicialmente el aceite de palma producido sólo se usaba para consumo humano, pero en vista de la sobreproducción de aceite de palma en Malasia, Tailandia e Indonesia, se ha visto la necesidad de buscar usos alternos para el aceite en diversas áreas del conocimiento tales como medicina, agricultura, desarrollo de nuevos materiales, obras civiles, biocombustibles, entre otros.

La producción de polioles a partir de aceite de palma, específicamente polioles oligoméricos se ha descrito en la publicación WO/2007/123637 la cual revela polioles oligoméricos que son obtenidos a partir de aceite de palma y con composiciones que comprenden dichos polioles, así como un proceso para la obtención de un poliol oligomérico basado en aceite de palma modificado, que comprende proporcionar una composición epoxidada basada en aceite de palma para hacerla reaccionar con un compuesto que permite la apertura del anillo para formar un poliol oligomérico, en donde el poliol oligomérico a base de aceite de palma modificado comprende al menos un 40% en peso de oligómeros, tiene un número hidroxilo de alrededor de 65 mg KOH/g muestra o menos, un número promedio de funcionalidad hidroxilo de 2,5 o menos y una viscosidad a 25°C menor a aproximadamente 4 Pa·s.

Si bien el arte previo ha buscado soluciones al problema técnico, el cual es proveer métodos para la obtención de polioles "verdes", es decir, a partir de aceites vegetales entre los cuales se encuentra el aceite de palma, así como la obtención de espumas de poliuretano a partir de dichos polioles "verdes" con propiedades que permitan su aplicación en los diferentes usos mencionados anteriormente, ninguno de los documentos del arte previo hace referencia a un procedimiento de obtención de polioles derivados de aceite de palma usados para la preparación de poliuretano, en donde se combinan dos métodos de preparación otorgando una mayor funcionalidad a la estructura molecular final. Lo anterior permite mejorar las características del poliuretano obtenido a partir de dicho poliol, confiriéndole propiedades como mayor funcionalidad y mayor entrecruzamiento.

Aunque en otras invenciones se han obtenido polioles a partir de aceites vegetales, los productos preparados a partir de dichos polioles resultan quebradizos debido a la concentración de grupos hidroxilo en sólo uno de los extremos de la cadena carbonada.

22

Adicionalmente y en relación a las condiciones de operación del método de glicerólisis, en la presente invención se logró disminuir la temperatura de reacción para la obtención del poliol con resultados favorables respecto a la disminución de costos energéticos.

La presente invención aporta un método sencillo en su realización, no costoso, y da como resultado final un producto de elevadas cualidades técnicas y funcionales que lo sitúa por encima de los que, de tipo convencional y dentro de la misma línea se encuentran en el arte previo con la ventaja de tener dentro de sus materias primas un poliol a partir de fuentes naturales renovables.

Por medio de la presente invención se obtienen polioles con pesos moleculares entre 314 y 3366 y con un número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra.

Las espumas rígidas resultantes se ensayaron respecto a la densidad (según ASTM C373-88) con resultados entre 0,284 y 0,658 g/cm^3, módulo de Young (según ASTM D695-10) con resultados entre 8,94522 y 54,92330 MPa y esfuerzo máximo (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,92037 y 8,29101 MPa.

Las espumas semirrígidas resultantes se ensayaron respecto a la densidad (según ASTM C373-88) con resultados entre 0,120 y 0,158 g/cm3, módulo de Young (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,78727 y 1,54311 MPa y esfuerzo máximo (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,07012 y 0,09753 MPa.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

La presente invención se relaciona con el proceso para la producción de un poliol a partir de aceite de palma y con espumas de poliuretano rígido preparadas a partir de dicho poliol derivado de aceite de palma.

De un lado, la presente invención proporciona un método para la obtención de polioles monoméricos obtenidos a partir de aceite de palma y que tienen número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra.
Los polioles de la presente solicitud pueden ser obtenidos por medio de un procedimiento basado en las siguientes cuatro rutas madre:

- Ruta 1: maleinización de los ácidos grasos del aceite de palma
- Ruta 2: glicerólisis del aceite de palma
- Ruta 3: transesterificación del aceite de palma

- Ruta 4: epoxidación de los enlaces insaturados carbono-carbono del aceite de palma

Adicionalmente, otras modalidades de la invención permiten la obtención de polioles a partir de la combinación de estas rutas madre.

De manera particular, la ruta 1 parte de la alcoholisis del aceite de palma para obtener los ácidos grasos, los cuales se someten a un proceso de maleinización con el fin de introducir grupos carboxílicos y a partir de éstos extender la cadena con glicerina; y así obtener un poliol de aceite de palma.

En la ruta madre 2 de la presente invención se preparan los monoglicéridos del aceite de palma pero a diferencia de la ruta 1, no se realiza la maleinización, sino que se obtiene un poliol a partir de aceite de palma por medio del proceso de glicerólisis. La glicerólisis tiene lugar a temperaturas entre 170 y 280°C, obteniéndose velocidades de reacción más altas a mayor temperatura. Lo recomendado es no exceder en ningún caso los 260°C, proveer un buen sistema de agitación (350 a 420 rpm) y utilizar atmósfera inerte (nitrógeno, argón ó CO_2). El proceso de glicerólisis se realiza usualmente en presencia de un solvente y un catalizador. La selección de un buen catalizador permite emplear temperaturas más bajas.

La reacción de glicerólisis se ha de llevar a cabo bajo la acción de un catalizador que puede ser homogéneo (ácido ó básico), o heterogéneo. Ejemplos de los catalizadores para obtener mono y di glicéridos incluyen acetato de plomo, el acetato de calcio, el óxido de plomo y el ricinoleato de litio, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido sulfónico, hidróxido de sodio.

Los acetatos de plomo y calcio, al igual que el ricinoleato de litio permiten la obtención de una excelente glicerólisis en el mínimo tiempo (40 a 50 minutos) y temperaturas relativamente moderadas (235 a 240°C) y lo que es más importante, empleando cantidades mínimas de catalizador.

La ruta madre 3 de la presente invención corresponde a la preparación de un poliol de aceite de palma modificado mediante la transesterificación con pentaeritriol, lo que resulta útil cuando se requiera un considerable aumento en las propiedades tensiles, dureza y resistencia al ataque químico, esto se debe a un mayor grado de entrecruzamiento ocasionado por el incremento en el contenido de grupos hidroxilo.

En la ruta madre 4 de la presente invención se produce un poliol a partir de aceite de palma por epoxidación del doble enlace, en donde inicialmente se realiza un proceso de metanólisis del aceite de palma para la obtención de los ésteres metílicos de ácidos

grasos (FAME), los cuales se someten a un proceso de epoxidación con peróxido de hidrógeno para generar el ácido perfórmico *in situ*.

En otro aspecto de la invención se preparan poliuretanos a partir de los polioles obtenidos mediante alguna de las cuatro rutas o mediante la combinación de las mismas. En una modalidad de la invención los poliuretanos se producen mediante la reacción de una mezcla de un poliol obtenido mediante la presente invención, un poliol comercial, un tensoactivo, un catalizador y un isocianato. Los poliuretanos pueden ser espumas de poliuretano rígido de alta densidad.

Las características específicas, las ventajas y las características novedosas de la presente invención serán expuestas en la siguiente sección de la descripción, correspondiente a la descripción detallada de la invención.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La figura 1 muestra un esquema ejemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la Ruta 1.

La figura 2 muestra un esquema ejemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la Ruta 2.

La figura 3 muestra un esquema ejemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la Ruta 3.

La figura 4 muestra un esquema ejemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la Ruta 4.

La figura 5 muestra un esquema ejemplificando la producción de un poliol a partir de aceite de palma mediante la combinación de la Ruta 4 y la Ruta 2.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

La presente invención se relaciona con un proceso para la producción de un poliol a partir de aceite de palma y con espumas de poliuretano rígido preparadas a partir del poliol derivado de aceite de palma mezclado con un poliol comercial.

Los procesos para la producción de los polioles basados en aceite de palma se describirán haciendo referencia a las Figuras 1 a 5.

La figura 1 describe de manera general la ruta 1. De manera específica, esta ruta comprende dos métodos diferentes, el primero comprende la maleinización del aceite de palma a partir del calentamiento de éste y la mezcla con anhídrido maléico. La mezcla es posteriormente llevada a reacción en presencia de condensador de reflujo y atmósfera inerte, la reacción se da allí durante un periodo determinado, obteniéndose el poliol.

El segundo método corresponde a la maleinización de los ácidos grasos, partiendo de una mezcla de aceite de palma con hidróxido de sodio y una solución etanol-agua. La mezcla obtenida es calentada y agitada. Posteriormente se adiciona una pequeña cantidad de ácido sulfúrico concentrado, evidenciándose la separación de la fase orgánica y la fase acuosa. Luego, se adiciona solución saturada de cloruro de sodio. Después de la completa separación de las fases, se elimina la fase acuosa. Por medio del calentamiento y la agitación de la fase orgánica se pueden obtener los ácidos grasos los cuales son mezclados con glicerol previamente bloqueado mediante una reacción con MEK (metil etil cetona), llevada a cabo con ácido toluen sulfónico como catalizador y tolueno como solvente. Los grasos ácidos reaccionan entonces con el glicerol bloqueado en presencia de un catalizador, ácido toluen sulfónico y calor. El producto de esta reacción es evaporado para obtener monoglicérido bloqueado, el cual posteriormente reacciona bajo atmósfera de nitrógeno con anhídrido maléico. Al producto de esta reacción se le adiciona ácido sulfúrico. La fase orgánica obtenida es lavada y sometida a evaporación para obtener finalmente el poliol.

Ahora bien, la figura 2 resume la ruta 2, la cual corresponde a la producción de poliol a partir de aceite de palma mediante glicerólisis. Esta ruta comprende la reacción entre el aceite de palma con glicerol, terbutanol como solvente e hidróxido de sodio como catalizador, en presencia de calor. El producto de esta reacción es neutralizado con ácido clorhídrico y sometido a evaporación para la eliminación del solvente. La fase obtenida es separada mediante la adición de n-hexano, permitiendo descartar la glicerina residual del poliol finalmente obtenido.

La figura 3 resume la ruta 3, relacionada con la producción de poliol a partir de aceite de palma modificado mediante transesterificación con pentaeritritol. Esta ruta comprende la reacción entre aceite de palma, pentaeritritol y óxido de plomo, en presencia de calor, con agitación continua y en atmósfera inerte de nitrógeno. El producto de reacción es tratado con n-hexano, permitiendo la formación de dos fases: se descarta entonces el precipitado que contiene glicerol y la otra fase es sometida a evaporación para obtener el poliol.

De otro lado, la ruta 4 es resumida en la figura 4 y constituye un proceso de epoxidación de los metilésteres de ácidos grasos (FAME, por sus siglas en inglés), los cuales son

previamente obtenidos mediante metanólisis del aceite de palma. Dicha metanólisis comprende la reacción entre el aceite de palma y el metanol en presencia de hidróxido de sodio. Posteriormente se descarta la fase glicerina y se lava la fase de interés con ácido fosfórico, descartando los sólidos formados y neutralizando. El producto (FAME) se somete a evaporación para eliminar el metanol en exceso.

De esta manera, los FAME son llevados a reacción con ácido fórmico en presencia de peróxido de hidrógeno. La reacción se evidencia con el cambio del color de naranja a amarillo claro. Posteriormente, el producto es lavado con agua, bicarbonato de sodio y cloruro de sodio, neutralizando la solución, que es sometida a evaporación para eliminar la humedad y permitiendo la obtención del poliol.

La figura 5 describe otras modalidades de la invención, las cuales corresponden a la combinación de las rutas 2 y 4 y se indican con mayor detalle a continuación.

Una de estas modalidades permite la obtención de poliol a partir de la fase oleína de aceite de palma crudo, empleando óxido de plomo como catalizador. El método se da entonces mediante la epoxidación de la fase oleína del aceite de palma crudo con ácido fórmico, en presencia de calor. Posteriormente de adiciona peróxido de hidrógeno y se agita. La reacción se evidencia con el cambio de color de naranja a amarillo claro. El producto de reacción es lavado con agua, bicarbonato de sodio y cloruro de sodio, descartándose la fase acuosa y sometiendo la fase orgánica a glicerólisis (reacción con glicerina) empleando óxido de plomo como catalizador, obteniéndose así el poliol.

Otra modalidad de la invención corresponde a la obtención del poliol a partir de la fase oleína de aceite de palma crudo, empleando NaOH como catalizador. Esta modalidad comprende los mismos pasos mencionados para la modalidad anterior, con la diferencia de que la glicerólisis de la fase orgánica se da en presencia de hidróxido de sodio, con una posterior neutralización del catalizador en exceso con ácido fosfórico.

Aún otra modalidad de la invención permite obtener poliol a partir de la fase oleína del refinado blanqueado y desodorizado del aceite de palma (RBD). Para este propósito se emplean los mismos pasos que para las modalidades anteriores, empleando la materia prima mencionada e hidróxido de sodio como catalizador en la glicerólisis.

La última modalidad corresponde a la obtención de poliol a partir de la fase oleína del refinado blanqueado y desodorizado del aceite de palma (RBD) pero empleando óxido de plomo como catalizador. De la misma manera, se emplean los pasos ya mencionados, con la excepción de que se emplea como materia prima el la fase oleína del RBD y óxido de plomo como catalizador en la glicerólisis.

Las rutas y modalidades descritas, permiten entonces obtener las espumas de poliuretano mediante la reacción de los polioles producidos con metilen difenil diisocianato (MDI).

Para dicho propósito se mezcla el poliol obtenido con un poliol de cadena corta (dietilenglicol, 1,6 butanodiol), un catalizador (dibutyltin dilaurate, octoato de estaño, catalizadores de aminas terciarias, agua, un surfactante (a base de silicona u organosiloxanos) y metilen difenil diisocianato (MDI). La reacción da lugar a la formación de espuma de poliuretano rígida.

Dependiendo del número de hidroxilo obtenido para el poliol pueden obtenerse espumas de poliuretano flexibles, semirrígigas y rígidas, tal como se indica a continuación:

No. Hidroxilo	50	100	150	200	250	300	350	400
Tipo de espuma		Flexibles		Semirrígidas		Rígidas		

Dentro de las aplicaciones que tienen estos tipos de espuma se pueden mencionar los siguientes:

Poliuretano	Aplicación
Rígido	Piezas moldeadadas, Zuelas para calzado
Semirrígido	Aislamiento térmico, aislamiento acústico, impermeabilizante, espumas florales, sillas que se adaptan al usuario (principalmente para personas discapacitadas)
Flexible	Espuma para brasier, colchones

EJEMPLOS

Los siguientes ejemplos se presentan con el ánimo de ilustrar la invención y en ningún momento constituyen una limitación, como quiera que la persona medianamente versada en la materia pueda reconocer las posibles variaciones.

EJEMPLO 1 – Obtención de poliol empleando el primer método de la ruta 1

Se tomaron 300 gramos de aceite de palma y se llevaron al balón de reacción de 250 ml. De otro lado se pesaron 65,7 gramos de anhídrido maléico y se adicionaron al balón de reacción. Se calienta a 180°C. Posteriormente se adaptó el condensador de reflujo y se

ubicó el balón de reacción en una plancha de calentamiento con agitación magnética a 1300 rpm, dejando que la reacción se diera durante 3 horas, bajo atmósfera de nitrógeno. El producto de ésta reacción es el aceite maleinizado que fue enfriado hasta los 100ºC y se adicionó una cantidad de 30,85 g de glicerol. Se dejó reaccionar haciendo seguimiento al índice de acidez cada 30 minutos hasta un valor de 90 mg KOH/g muestra, obteniéndose así el poliol.

EJEMPLO 2 – Obtención de poliol empleando el segundo método de la ruta 1

En un vaso de precipitación de 1000 ml se colocaron 150 gramos de aceite de palma. Posteriormente se adicionaron 33,5 g de NaOH y 100 ml de una solución de etanol-agua 1:1. La reacción se llevó a cabo a una temperatura de 80°C durante 30 minutos. La solución se agitó manualmente de manera ligera. Luego, se adicionó gotas de ácido sulfúrico concentrado. Se evidencia entonces la separación de la fase orgánica y la fase acuosa. Para completar la solución, se adicionó 100 ml de solución saturada de cloruro de sodio. Se dejó en reposo mientras se separaron las fases. Posteriormente se descartó la fase acuosa y se transfirió el resto a un embudo de separación, lavando con agua caliente. Se midió el pH del agua descartada del lavado, para verificar que era neutro. De otro lado, se transfirió la fase orgánica a un erlenmeyer de desprendimiento lateral, se incrementó la temperatura a 80°C y se agitó continuamente; este procedimiento se realizó al vacío. Se obtuvo como producto los ácidos grasos.

Aparte, se pesaron 70,83 gramos de glicerol, se colocaron en un balón de reacción de 500 ml. Luego, se adicionó 62,90 gramos de MEK (metil etil cetona) junto con 1,8 gramos de ácido toluen sulfónico y 70 ml de tolueno. La reacción se lleva a cabo a 90°C durante 2 horas. De esta manera se obtiene glicerol bloqueado.

A 40 gramos de los ácidos grasos obtenidos anteriormente se adicionó 19,5 gramos del gicerol bloqueado en un reactor de 500 ml. Consecutivamente se adicionó 1,8 gramos de ácido toluen sulfónico y la solución restante se sometió a calentamiento de 90°C con agitación magnética de 1200 rpm, dejando que la reacción se diera durante tres horas y media. Seguidamente se traslada el producto de reacción a un embudo de separación, realizándose además lavados con agua caliente, midiendo el pH del agua saliente de lavado hasta que se torna neutro. El producto de este lavado es consecutivamente sometido a rotoevaporación durante 3 horas a una temperatura de 90°C y condiciones de vacío. De este modo de obtiene el monoglicérido bloqueado. Después se toman 25 gramos del monoglicérido bloqueado y se colocan en un balón de reacción de 500 ml. Posteriormente se adicionó 9,2 gramos de anhídrido maléico y se llevó a cabo la reacción a 200°C con agitación magnética durante 3 horas, bajo atmósfera de nitrógeno. El producto se dejó enfriar hasta los 100°C sin detener la agitación. Inmediatamente se

adicionó lentamente 4 gotas de ácido sulfúrico concentrado disuelto en 3 ml de agua destilada y se deja en reacción 1 hora más. Luego se realizó un lavado con agua caliente y se dejó decantando durante toda la noche.

Al siguiente día se descartó la fase acuosa y la fase orgánica fue rotoevaporada a 80°C durante una hora y media, obteniéndose el poliol.

EJEMPLO 3 – Obtención de poliol empleando la ruta 2

En un balón de reacción de 500 ml, acoplado con un condensador de reflujo, plancha de calentamiento y agitación magnética se adicionó 64,5 gramos de aceite de palma, 40 gramos de glicerol, 20 ml de terbutanol y 4,5 gramos de hidróxido de sodio. Las condiciones de operación fueron, temperatura: 90°C, tiempo: 2 horas y agitación: 1300 rpm.

Transcurrido el tiempo de reacción se enfrió la mezcla a temperatura ambiente y se neutralizó el catalizador con una solución de HCl al 10%, verificando el pH con papel indicador. Seguidamente, se eliminó la glicerina y el solvente residual y se rotoevaporó el producto de interés para asegurar la eliminación completa del solvente en la solución. La temperatura de rotoevaporación fue 90°C y se llevó a cabo durante 3 horas.

Finalmente se separaron las fases en un embudo de separación, en donde de adicionó 60 ml de n-hexano, agitando vigorosamente y liberando la presión constantemente. Se dejó en reposo y se descartó la fase del fondo, la cual contenía glicerina residual. Se obtuvo un poliol con valor de número de hidroxilo de 523,23 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 4 – Obtención de poliol empleando la ruta 3

En un balón de reacción de 500 ml se pesaron 40,0 gramos de aceite de palma, 4,32 gramos de pentaeritritol y 0,02 gramos de óxido de plomo. Posteriormente, se llevó el balón a una plancha de calentamiento en donde la mezcla de mantuvo en reacción a una temperatura de 200°C, con agitación continua, atmósfera inerte de nitrógeno y condensador de reflujo de agua, durante 2 horas. Luego se dejó enfriar y se adicionó 40 ml de n-hexano en un embudo de separación, agitando y liberando la presión. Se dejó separar las fases para ulteriormente descartar el precipitado y el glicerol. La otra fase se sometió a rotoevaporación a 70°C con agitación constante durante 3 horas, obteniéndose el poliol, con un valor de número de hidroxilo de 11,86 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 5 – Obtención de poliol empleando la ruta 4

30

Inicialmente se realizó la metanólisis del aceite de palma, en un balón de reacción de 500 ml, tomando 500 gramos de aceite de palma, junto con 160,8 g de metanol y 9 gramos de hidróxido de sodio. La mezcla se llevó a una temperatura de 70°C con agitación de 1000 rpm durante 1 hora y media.

Tras el tiempo de reacción, se llevó el producto a un embudo de separación para descartar la fase glicerina que estaba en el fondo. Consecutivamente se lavó la fase de interés con 100 ml de ácido fosfórico 0,015N a 60°C, se descartaron los sólidos formados y se repitieron los lavados con agua a 60°C hasta que el pH se neutralizó. La fase de interés es sometida a rotoevaporación durante 3 horas a una temperatura de 80°C, para eliminar el metanol en exceso. El producto obtenido corresponde a los metilésteres de ácidos grasos (FAME por sus siglas en inglés).

Aparte, se adicionó en un balón de reacción de 1000 ml, 190 gramos de FAME y 7,71 gramos de ácido fórmico. La mezcla se llevó a calentamiento de 40°C y agitación de 800 rpm. Seguidamente se adicionó 20,85 gramos de peróxido de hidrógeno, gota a gota durante 1 hora. Después de la adición del peróxido de hidrógeno, la reacción continuó durante 11 horas a condiciones constantes de temperatura y agitación. La evidencia de la reacción es el cambio de color naranja a amarillo claro. Inmediatamente se realizaron lavados con agua caliente hasta que el pH aumentó a 5. Luego se realizó un lavado con 100 ml de solución de bicarbonato de sodio al 5% y con cloruro de sodio al 5%. Se finalizó con lavados de agua caliente hasta neutralizar por completo.

La mezcla resultante fue rotoevaporada durante 4 horas a 90°C para eliminar la humedad. Se obtuvo el poliol.

EJEMPLO 6 – Obtención de poliol empleando las rutas 2 y 4 (epoxidación y glicerólisis) a partir de la fase oleína de aceite de palma crudo y empleando óxido de plomo como catalizador

Se tomó 200 gramos de la fase oleína del aceite de palma crudo y 9,97 gramos de ácido fórmico en un balón de reacción de 500 ml, acoplado con condensador de reflujo, plancha de calentamiento para lograr una temperatura de 50°C y agitación magnética a 800 rpm, se inició la reacción y se adicionó gota a gota, 22,11 gramos de peróxido de hidrógeno con agitación constante durante 90 minutos. Se dejó continuar la reacción durante 2 horas más. La reacción de formación del aceite epoxidado se evidencia por un cambio de color de naranja a amarillo claro.

Seguidamente, se realizaron lavados con agua caliente hasta un pH cercano a 5. Se lavó con una solución de bicarbonato de sodio al 5% y con una solución de cloruro de sodio al 5%. Se descartó la fase acuosa mediante un embudo de separación y se transfirió la fase

orgánica a un erlenmeyer con desprendimiento lateral, secando al vacío durante 3 horas a 80°C. Consecutivamente se llevó a cabo la glicerólisis con 100 gramos del aceite epoxidado, 25,72 gramos de glicerina y 0,03 gramos de PbO en un balón de reacción de 500 ml acoplado con condensador de reflujo, a temperatura de 215°C y agitación de 1300 rpm durante 45 minutos. Se caracterizó el poliol obtenido, obteniendo números de hidroxilo entre 60 y 110 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 7 – Obtención de poliol empleando las rutas 2 y 4 (epoxidación y glicerólisis) a partir de la fase oleína de aceite de palma crudo y empleando hidróxido de sodio como catalizador

Se tomó 200 gramos de la fase oleína del aceite de palma crudo y 9,97 gramos de ácido fórmico en un balón de reacción de 500 ml, acoplado con condensador de reflujo, plancha de calentamiento para lograr una temperatura de 50°C y agitación magnética a 800 rpm. Se inició la reacción y se adicionó gota a gota, 22,11 gramos de peróxido de hidrógeno con agitación constante durante 90 minutos. Se dejó continuar la reacción durante 2 horas más. La reacción de formación del aceite epoxidado se evidencia por un cambio de color de naranja a amarillo claro.

Seguidamente, se realizaron lavados con agua caliente hasta un pH cercano a 5. Se lavó con una solución de bicarbonato de sodio al 5% y con una solución de cloruro de sodio al 5%. Se descartó la fase acuosa mediante un embudo de separación y se transfirió la fase orgánica a un erlenmeyer con desprendimiento lateral, secando al vacío durante 3 horas a 80°C. Consecutivamente se llevó a cabo la glicerólisis con 100 gramos del aceite epoxidado, 25,72 gramos de glicerina y 1 gramo de NaOH en un balón de reacción de 500 ml acoplado con condensador de reflujo, a temperatura de 180°C y agitación de 1300 rpm durante 45 minutos.

El catalizador se neutralizó con gotas de ácido fosfórico, evitando así la formación de jabones. Finalmente, se caracterizó el poliol obtenido. Se obtuvieron números de hidroxilo entre 400 y 440 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 8 – Obtención de poliol empleando las rutas 2 y 4 (epoxidación y glicerólisis) a partir de la fase oleína del refinado blanqueado desodorizado de aceite de palma crudo y empleando hidróxido de sodio como catalizador

Se tomó 200 gramos de la fase oleína del aceite de palma crudo y 9,97 gramos de ácido fórmico en un balón de reacción de 500 ml, acoplado con condensador de reflujo, plancha de calentamiento para lograr una temperatura de 50°C y agitación magnética a 800 rpm, se inició la reacción y se adicionó gota a gota, 22,11 gramos de peróxido de hidrógeno

con agitación constante durante 90 minutos. Se dejó continuar la reacción durante 2 horas más. La reacción de formación del aceite epoxidado se evidencia por un cambio de color de naranja a amarillo claro.

Seguidamente, se realizaron lavados con agua caliente hasta un pH cercano a 5. Se lavó con una solución de bicarbonato de sodio al 5% y con una solución de cloruro de sodio al 5%. Se descartó la fase acuosa mediante un embudo de separación y se transfirió la fase orgánica a un erlenmeyer con desprendimiento lateral, secando al vacío durante 3 horas a 80°C. Consecutivamente se llevó a cabo la glicerólisis con 100 gramos del aceite epoxidado, 25,72 gramos de glicerina y 1 gramo de NaOH en un balón de reacción de 500 ml acoplado con condensador de reflujo, a temperatura de 180°C y agitación de 1300 rpm durante 45 minutos.

El catalizador se neutralizó con gotas de ácido fosfórico, evitando así la formación de jabones. Finalmente, se caracterizó el poliol obtenido. Se obtuvieron números de hidroxilo entre 370 y 420 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 9 – Obtención de poliol empleando las rutas 2 y 4 (epoxidación y glicerólisis) a partir de la fase oleína del refinado blanqueado desodorizado de aceite de palma crudo y empleando óxido de plomo como catalizador

Se tomó 200 gramos de la fase oleína del aceite de palma crudo y 9,97 gramos de ácido fórmico en un balón de reacción de 500 ml, acoplado con condensador de reflujo, plancha de calentamiento para lograr una temperatura de 50°C y agitación magnética a 800 rpm, se inició la reacción y se adicionó gota a gota, 22,11 gramos de peróxido de hidrógeno con agitación constante durante 90 minutos. Se dejó continuar la reacción durante 2 horas más. La reacción de formación del aceite epoxidado se evidencia por un cambio de color de naranja a amarillo claro.

Seguidamente, se realizaron lavados con agua caliente hasta un pH cercano a 5. Se lavó con una solución de bicarbonato de sodio al 5% y con una solución de cloruro de sodio al 5%. Se descartó la fase acuosa mediante un embudo de separación y se transfirió la fase orgánica a un erlenmeyer con desprendimiento lateral, secando al vacío durante 3 horas a 80°C. Consecutivamente se llevó a cabo la glicerólisis con 100 gramos del aceite epoxidado, 25,72 gramos de glicerina y 0.03 gramos de PbO en un balón de reacción de 500 ml acoplado con condensador de reflujo, a temperatura de 180°C y agitación de 1300 rpm durante 45 minutos.

Finalmente, se caracterizó el poliol obtenido. Se obtuvieron números de hidroxilo entre 80 y 90 mg KOH/g muestra.

EJEMPLO 10 – Preparación de un barniz de poliuretano a partir de poliol obtenido con la ruta 1 por el primer método

Se procede a la formación del pre-polímero tomando 30 g de poliol, 76,92 g de surfactante y 20 ml de MEK (metil etil cetona) en un balón de reacción de 250 ml a 50°C durante 30 minutos. Seguidamente, el pre-polímero se transfiere a un vaso de precipitado de 1000 ml y se adicionan 14,88 gramos de TDI (Toluen diisocianato) y se agita mecánicamente durante 3 horas manteniendo la temperatura a 70°C. Luego de completarse la reacción se enfría el pre-polímero hasta 50°C y se adicionan 4,96 gramos de MEKO (metil etil ketoxima) para hacer el bloqueo de los grupos NCO libres. Esta reacción tiene lugar durante 2 horas. Finalmente se adicionan 2,88 gramos de TEA (trietilamina) durante 30 minutos con agitación vigorosa manteniendo la temperatura a 50°C. Luego se adiciona gota a gota una cantidad de 50% peso/peso de agua hasta formar una emulsión.

EJEMPLO 11 – Preparación de un barniz de poliuretano a partir de poliol obtenido con la ruta 1 por el segundo método

Se procede a la formación del pre-polímero adicionando 12 g de poliol, 50 g de surfactante y 10 ml de MEK en un balón de reacción de 250 ml, a una temperatura de 50°C durante un período de 30 minutos. Seguidamente, el pre-polímero se transfiere a un vaso de precipitado de 1000 ml y se adicionan 12,52 gramos de TDI y se agita mecánicamente durante 3 horas manteniendo la temperatura a 70°C. Luego de completarse la reacción se enfría el pre-polímero hasta 50°C y se adicionan 5 gramos de MEKO (metil etil ketoxima) para hacer el bloqueo de los grupos NCO libres. Esta reacción tiene lugar durante 2 horas. Finalmente se adicionan 2,2 gramos de TEA durante 30 minutos con agitación vigorosa manteniendo la temperatura a 50°C. Luego se adiciona gota a gota una cantidad de 50% peso/peso de agua hasta formar una emulsión

EJEMPLO 12 – Preparación de una espuma de poliuretano a partir de poliol obtenido con la ruta 2

Se toman 13 g de poliol de palma y se realiza una mezcla 50:50 con dietilenglicol, se coloca en una plancha de calentamiento con agitación magnética a 800 rpm, luego se adicionan 0,04 g de surfactante, 0,02 g de DBTL (dibutilin dilaurate) como catalizador y 0,2 g de agua. Finalmente se adiciona 3,8 g de TDI (toluen diisocianato) y se agita rápidamente de forma manual. Esta reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 13 – Preparación de una espuma de poliuretano a partir de poliol obtenido con la ruta 3

Se toman 10 g de poliol de palma y se realiza una mezcla 50:50 con dietilenglicol, se coloca en una plancha de calentamiento con agitación magnética a 800 rpm, luego se adicionan 0,27 g de surfactante, 0,19 g de DBTL (dibutiltin dilaurate) como catalizador y 2,69 g de agua. Finalmente se adicionan 13,2 g de TDI (toluen diisocianato) y se agita rápidamente de forma manual. Esta reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 14 – Preparación de una espuma de poliuretano a partir de poliol obtenido con la ruta 4

Se pesaron 10 g de poliol de palma y 10 g de DEG (dietilenglicol), luego se añadieron 0,19 g de catalizador DBTL (dibutiltin dilaurate), seguidos por 2,69 g de agua y 0,27 g de surfactante, esta premezcla se agitó a temperatura ambiente por unos minutos y luego se adicionaron 13,24 g de MDI. Esta reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 15 – Preparación de una espuma de poliuretano a partir de poliol obtenido con el ejemplo 6

Se toman 9 gramos de poliol y 1 gramo de 1,6 butanodiol, se realiza una premezcla sometida a calentamiento en caso de que el poliol se encuentre en estado sólido. Luego se adiciona 0,15 gramos de silicona 193C y 0,03 gramos de DBTL (dibutiltin dilaurate), se mezcla para lograr homogeneidad y finalmente se adicionan 1,98 gramos de TDI (toluen diisocianato) y se agita vigorosamente. La reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 16 – Preparación de poliuretano rígido a partir de poliol obtenido con el ejemplo 7

Se toman 9 gramos del poliol y 1 gramo de DEG (dietilenglicol). Se calienta la mezcla, la cual se encuentra sólida. Se adicionan 0,15 gramos de silicona 193C y 0,03 gramos de DBTL (dibutiltin dilaurate), se mezcla para lograr homogeneidad y finalmente se adicionan 10,5 gramos de MDI polimérico (metilen diisocianato) y se agita vigorosamente. La reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 17 – Preparación de poliuretano rígido a partir de poliol obtenido con el ejemplo 8

Se toman 9 gramos del poliol y 1 gramo de DEG (dietilenglicol). Se calienta la mezcla, la cual se encuentra sólida. Se adicionan 0,15 gramos de silicona 193C y 0,03 gramos de DBTL (dibutiltin Dilaurate), se mezcla para lograr homogeneidad y finalmente se adicionan 10,5 gramos de MDI polimérico (metilen diisocianato) y se agita vigorosamente. La reacción es altamente exotérmica.

EJEMPLO 18 – Preparación de poliuretano flexible a partir de poliol obtenido con el ejemplo 9

Se toman 8,5 gramos del poliol y 1,5 gramos de 1,6 butanodiol. Se calienta esta mezcla, la cual se encuentra sólida. Se adicionan 0,15 gramos de silicona 193C, 0,1 gramos de agua y 0,03 gramos de DBTL (dibutiltin dilaurate), se mezcla para lograr homogeneidad y finalmente se adicionan 4,28 gramos de TDI polimérico (toluen diisocianato) y se agita vigorosamente. La reacción es altamente exotérmica.

Una caracterización de los polioles y de los productos obtenidos a partir de éstos, en vista de los anteriores ejemplos ha arrojado los siguientes rangos de propiedades:

Polioles con pesos moleculares entre 314 y 3366 y con un número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra.

Las espumas rígidas resultantes se ensayaron respecto a la densidad (según ASTM C373-88) con resultados entre 0,284 y 0,658 g/cm^3, módulo de Young (según ASTM D695-10) con resultados entre 8,94522 y 54,92330 MPa y esfuerzo máximo (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,92037 y 8,29101 MPa.

Las espumas semirrígidas resultantes se ensayaron respecto a la densidad (según ASTM C373-88) con resultados entre 0,120 y 0,158 g/cm3, módulo de Young (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,78727 y 1,54311 MPa y esfuerzo máximo (según ASTM D695-10) con resultados entre 0,07012 y 0,09753 MPa.

EJEMPLO 19 – Corridas experimentales adicionales

Inicialmente se parte de las 4 rutas madre (Ruta 1-4, teniendo en cuenta que la ruta 1 comprende Método I y II). A partir de estas rutas se derivan otras rutas en el orden que se encuentra a continuación:

Ruta Madre	Ruta Derivada
1	1
	5
	9
	13
	17
	21
	25

2	2
	6
	10
	14
	18
	22
	26
3	3
	7
	11
	15
	19
	23
	27
4	4
	8
	12
	16
	20
	24
	28

En la siguiente tabla se resumen las diferentes corridas experimentales definidas por los siguientes parámetros:

- Número de ruta
- Preparación del poliol: reactivos
  condiciones de operación
  resultados de caracterización
- Preparación del poliuretano: reactivos
  condiciones de operación
  características del producto
  resultados de caracterización

La abreviación "N.A" indica que no se llevó a cabo el procedimiento señalado, por cuanto no resultó de interés para los inventores.

La silicona 193C utilizada como surfactante en la presente solicitud, corresponde a un copolimero tipo polieter, que tiene un HLB de 12.

37

RESUMEN DE LA INVENCIÓN

La presente invención se relaciona con el proceso para la producción de un poliol a partir de aceite de palma y con espumas de poliuretano rígido preparadas a partir de dicho poliol derivado de aceite de palma. De un lado, la presente invención proporciona un método para la obtención de polioles monoméricos obtenidos a partir de aceite de palma y que tienen número de hidroxilo entre 50 y 450 mgKOH/g muestra. Los polioles de la presente solicitud pueden ser obtenidos por medio de un procedimiento basado en las siguientes cuatro rutas madre: Ruta 1: maleinización de los ácidos grasos del aceite de palma; Ruta 2: glicerólisis del aceite de palma; Ruta 3: transesterificación del aceite de palma y Ruta 4: epoxidación de los enlaces insaturados carbono-carbono del aceite de palma. Adicionalmente, otras modalidades de la invención permiten la obtención de polioles a partir de la combinación de estas rutas madre. En otro aspecto de la invención se preparan poliuretanos a partir de los polioles obtenidos mediante alguna de las cuatro rutas o mediante la combinación de las mismas. En una modalidad de la invención los poliuretanos se producen mediante la reacción de una mezcla de un poliol obtenido mediante la presente invención, un poliol comercial, un tensoactivo, un catalizador y un isocianato. Los poliuretanos pueden ser espumas de poliuretano rígido de alta densidad

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
1 - Método 1	1	Aceite de palma Anhídrido maleico.	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	0,23 mgKOH/g muestra	Prepolímero (poliol), Meko, tea,Hdi.	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50°C, t=30 min, agitación constante.	El barniz se separa en dos fases. Se observa silicona en el intermedio del barniz, parece que está en exceso. Color café oscuro inicialmente, pero finalmente se torna de color café claro. Apariencia opaca. Su apariencia es la de una dispersión (se observan burbujas).	
1 - Método 2	1	Aceite de palma Anhídrido maleico. Glicerina (99,5% pureza) Hidróxido de sodio. Cloruro de Sodio Ácido sulfúrico (99,5% pureza) Metil éstil cetona	1. ácidos grasos: T= 80 °C, t=30 min. 2, Rotoevaporación: T=80°C, 800rpm, condiciones de vacío. 3. Bloqueo con MEK: T= 90 °c, t= 2h. 4. Monoglicérido Bloqueado: T=90 °C, t=3,5 h, 200 rpm. 5. Rotoevaporación: T=80°C, 800rpm, condiciones de vacío. 6. Maleinizaión: T= 200 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h. Rotoevaporación: T=80°C, 800rpm,		Prepolímero (poliol) HDI MEKO TEA	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50°C, t=30 min, agitación constante.	Color café claro, presenta separación de fases cuando se deja en reposo. Apariencia opaca.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		(MEK) Ácido toluen sulfónico. Tolueno Anhídrido maleico. Toluen diisocianato (TDI) Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza). Etanol.	condiciones de vacío, t= 1,5 h.					
1 - Método 1	1	Aceite de palma Anhídrido maleico.	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h		Prepolímero (poliol), Meko, tea, TDI	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50°C, t=30 min, agitación constante.	Es una mezcla viscosa en la cual se separa totalmente la silicona. Color café oscuro. Contiene gran cantidad de gránulos. Recién preparado es mucho más separado, con el tiempo mejora la homogeneidad de la mezcla.	
1 - Método 1	2	Aceite de palma	Maleinización: T= 200 °C;	1,32 mgKOH/g muestra	N.A	N.A	N.A	N.A.

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Anhídrido maleico.	atmósfera de Nitrógeno, t= 3h					
1 - Método 1	3	Aceite de palma Anhídrido maleico.	Maleinización: T= 200 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	1,43 mgKOH/g muestra	N.A	N.A	N.A	N.A.
1 - Método 2	1	Aceite de palma Anhídrido maleico. Glicerina (99,5% pureza) Hidróxido de sodio. Cloruro de Sodio Ácido sulfúrico (99,5% pureza) Metil éstil cetona (MEK) Ácido toluen sulfónico. Tolueno Anhídrido maleico.	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	2,41 mgKOH/g muestra	Prepolímero (poliol) TDI Meko, TEA	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50°C, t=30 min, agitación constante.	Barniz de consistencia homogénea. Color Beige. Viscosidad media. Olor fuerte.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Toluen diisocianato (TDI)						
		Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza).						
		Etanol.						
1 - Método 2	2	Aceite de palma	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	27,13 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.	N.A.	
		Anhídrido maleico.						
		Glicerina (99,5% pureza)						
		Hidróxido de sodio.						
		Cloruro de Sodio						
		Ácido sulfúrico (99,5% pureza)						
		Metil éstil cetona (MEK)						
		Ácido toluen sulfónico.						
		Tolueno						

42

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Anhídrido maleico.						
		Toluen diisocianato (TDI)						
		Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza).						
		Etanol.						
1 - Método 2	3	Aceite de palma Anhídrido maleico. Glicerina (99,5% pureza) Hidróxido de sodio. Cloruro de Sodio Ácido sulfúrico (99,5% pureza) Metil éstil cetona (MEK) Ácido toluen sulfónico.	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h	15,03 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.	N.A.	

43

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Tolueno Anhídrido maleico. Toluen diisocianato (TDI) Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza). Etanol.						
6	1	Aceite de palma Glicerol Hidróxido de Sodio Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico n-Hexano. (40 ml)	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	19,33 mgKOH/g muestra	Dietilenglicol TDI Surfactante. Dibutyltin Dilaurate (DBTDL). Agua	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Color amarillo. Aspecto sólido, se observa grasoso. No se observa poroso, no formó una espuma.	
6	2	Aceite de palma Glicerol	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a		Polietilenglicol TDI	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Al reaccionar quedó de consistencia arenosa y al meterlo en el molde se	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Hidróxido de Sodio	la volatilidad del hexano.		Surfactante.		tornaba blando al tocarlo, con los días se endureció. Su color es amarillo claro.	
		Terbutanol. (20 ml)			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Ácido Clorhídrico			Agua			
		n-Hexano. (40 ml)						
20	1	Aceite de palma.	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacío. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.		Poliol de palma	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Espuma porosa. Inicialmente su color fue blanco, pero se oxidó y se tomó un color amarillo claro. Es sólida pero aparece líquido sobre la superficie, parece exceso de un reactivo, posiblemente es isocianato. Al tocarse se siente rígida.	
		Metanol			Dietilenglicol			
		Hidróxido de Sodio			Surfactante			
		Acido fosfórico (H3PO4)			catalizador			
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)			agua			
		Benceno			IPDI			
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Cloruro de Sodio						
20	2	Aceite de palma. Metanol Hidróxido de Sodio Acido fosfórico (H3PO4) Peróxido de Hidrógeno (H2O2) Benceno Dietilenglicol (DEG). Acido Fórmico Cloruro de Sodio	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacío. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.		Poliol de palma Surfactante catalizador agua IPDI	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Es una espuma de color blanco, se le observan poros. Se observa mojada, un poco grasoso. Es un sólido consistente.	
2	1	Aceite de palma. Glicerol. Hidróxido de Sodio	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Dietilenglicol HDI Surfactante.	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Color Naranja. Homogéneo. Se toca más rígido que los demás. Inicialmente parece una masa pastosa.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico. n-Hexano. (40 ml)			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL) Agua		Tarda un poco de tiempo en volverse sólido.	
2	2	Aceite de palma. Glicerol. Hidróxido de Sodio Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico. n-Hexano. (40 ml)	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Polietilenglicol HDI Surfactante. Dibutyltin Dilaurate (DBTDL) Agua	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	La mezcla es arenosa. Color Amarillo oscuro. No formó espuma.	
2	3	Aceite de palma. Glicerol. Hidróxido de Sodio	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Polietilenglicol HDI Surfactante.	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Se elaboró con un índice de 0,5. Es un polímero color naranja de consistencia débil, se quiebra con facilidad.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico. n-Hexano. (40 ml)			Dibutyltin Dilaurate (DBTDL) Agua		Con el tiempo presentó pedazos blancos.	
2	4	Aceite de palma. Glicerol. Hidróxido de Sodio Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico. n-Hexano. (40 ml)	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	23,13 mgKOH/g muestra	Polietilenglicol HDI Surfactante. Dibutyltin Dilaurate (DBTDL) Agua	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Se elaboró con un índice de 0,8. Es un producto color naranja un poco más duro que el de índice 0.5, sin embargo aún es muy frágil.	
2	5	Aceite de palma. Glicerol. Hidróxido de Sodio Terbutanol. (20 ml)	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Polietilenglicol HDI Surfactante. Dibutyltin Dilaurate (DBTDL)	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Se elaboró con un índice de 1. Es un producto color naranja, un poco más resistente que el de índice 0.8, sin embargo aún es más frágil de lo que se esperaba.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Clorhídrico.			Agua			
		n-Hexano. (40 ml)						
2	6	Aceite de palma. Glicerol. Hidróxido de Sodio Terbutanol. (20 ml) Ácido Clorhídrico. n-Hexano. (40 ml)	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.		Polietilenglicol HDI Surfactante. Dibutyltin Dilaurate (DBTDL) Agua	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Se elaboró con un índice de 1.2. Es un producto color naranja, un más resistente que los de índices menores, pues su consistencia es más duro sin embargo es aún quebradizo y no presenta la rigidez deseada.	
2	7	Aceite de palma. Glicerol.	Glicerólisis: T=90 °C, t=2 h. Roto evaporación a baja temperatura, de acuerdo a la volatilidad del hexano.	523,23 mgKOH/g muestra	N.A	N.A	N.A	N.A.
2	8	Aceite de palma. Glicerol. óxido de plomo Terbutanol. (20 ml)	Glicerólisis: T= 215°C, t= 1 h. Roto evaporación a 60 ° C, t= 5 h.					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)						
4	1	Aceite de palma. Metanol Hidróxido de Sodio Acido fosfórico (H3PO4) Peróxido de Hidrógeno (H2O2) Benceno Dietilenglicol (DEG). Acido Fórmico Cloruro de Sodio	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=2,5 h, Agitación: 1000 rpm. Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacio. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.		Poliol de palma Dietilenglicol Surfactante catalizador agua HDI	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Color blanco. Es un sólido que presenta buena homogeneidad. Se observa un poco grasoso, un poco de liquido en la superficie.	
4	2	Aceite de palma. Metanol Hidróxido de	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de		Poliol de palma Dietilenglicol Surfactante	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Color amarillo claro La mezcla presentó una buena homogeneidad. Sólido consistente.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Sodio	vacío. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.				Es cremoso al tacto.	
		Acido fosfórico (H3PO4)			catalizador			
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)			agua			
		Benceno			HDI			
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
4	3	Aceite de palma.	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacío. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.	2,21 mgKOH/g muestra	N.A.	N.A.	N.A.	
		Metanol						
		Hidróxido de Sodio						
		Acido fosfórico (H3PO4)						
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)						
		Benceno						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
4	4	Aceite de palma.	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacío. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.		N.A.	N.A.	N.A.	
		Metanol						
		Hidróxido de Sodio						
		Acido fosfórico (H3PO4)						
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)						
		Benceno						
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						
		Cloruro de Sodio						
3	1	Aceite de palma.	Reacción con pentaeritritol:		Poliol de palma	T, P atmosféricos,	Polímero de consistencia	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		PbO	T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.		Dietilenglicol	agitación manual vigorosa.	pastosa y quebradiza. Color crema. Permite vaciado molde	
		Pentaeritritol			Surfactante			
		Terbutanol. (20 ml)			catalizador			
		Ácido Clorhídrico.			agua			
		n-Hexano. (40 ml)			MDI			
3	2	Aceite de palma.	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.	11,86 mgKOH/g muestra	N.A	N.A	N.A.	
		PbO						
		Pentaeritritol						
		Terbutanol. (20 ml)						
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)						
3	3	Aceite de palma.	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.		N.A	N.A	N.A.	
		PbO						
		Pentaeritritol						
		Terbutanol. (20 ml)						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)						
5 - Método 1	1	Aceite de palma	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h		Prepolímero	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50°C, t=30 min, agitación constante	Este producto no dio un barniz, pues se solidificó.	
		Anhídrido maleico.			MeKO, HDI, TEA			
5 - Método 2	1	Aceite de palma	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h		Prepolímero (poliol)	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50°C, t=30 min, agitación constante.	En este barniz se observa separación de fases.	
		Anhídrido maleico.			MDI			
		Glicerina (99,5% pureza)			Meko,			
		Hidróxido de sodio.			TEA			
		Cloruro de Sodio						
		Ácido sulfúrico (99,5% pureza)						
		Metil éstil cetona (MEK)						
		Ácido toluen sulfónico.						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Tolueno						
		Anhídrido maleico.						
		Toluen diisocianato (TDI)						
		Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza).						
		Etanol.						
7	1	Aceite de palma.	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.		Poliol de palma	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Espuma con aspecto grasoso. Es muy pegajoso. Color amarillo. Se le dificulta un secado completo.	
		PbO			Dietilenglicol			
		Pentaeritritol			Surfactante			
		Terbutanol. (20 ml)			catalizador			
		Ácido Clorhídrico.			agua			
		n-Hexano. (40 ml)			TDI			
7	2	Aceite de palma.	Reacción con pentaeritritol: T=200 °C, atmósfera inerte, t=2 h.		Poliol de palma	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Este producto es una modificación de la ruta planteada inicialmente, porque el Poliol utilizado es solamente Poliol de	
		PbO			Surfactante			
		Pentaeritritol			catalizador			

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Terbutanol. (20 ml)			agua		aceite de palma. Su consistencia es una espuma muy quebradiza. Color amarillo claro. No se nota grasosa y secó más rápidamente que el producto de esta ruta donde el Poliol se combinó con el DEG.	
		Ácido Clorhídrico.						
		n-Hexano. (40 ml)			TDI			
8	1	Aceite de palma.	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacío. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.		Poliol de palma	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Es una espuma de color blanco, se observa un poco porosa. Es consistente, pero se ve quebradiza.	
		Metanol			Dietilenglicol			
		Hidróxido de Sodio			Surfactante			
		Acido fosfórico (H3PO4)			catalizador			
		Peróxido de Hidrógeno (H2O2)			agua			
		Benceno			MDI			
		Dietilenglicol (DEG).						
		Acido Fórmico						

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Cloruro de Sodio						
8	2	Aceite de palma. Metanol Hidróxido de Sodio Acido fosfórico (H3PO4) Peróxido de Hidrógeno (H2O2) Benceno Dietilenglicol (DEG). Acido Fórmico Cloruro de Sodio	Metanólisis: Temperatura: 70 ° C, t=1,5 h, Agitación: 1000 rpm. Rotoevaporación: T= 80 ° C, t= 3 h, condiciones de vacío. Epoxidación: T= 40 ° C, Agitación: 800 rpm, t= 3h. Rotoevaporación: T= 90 °C, t= 4 h.		Poliol de palma Surfactante catalizador agua TDI	T, P atmosféricos, agitación manual vigorosa.	Es una espuma de color blanco. Su aspecto es similar al yeso. Es muy quebradiza.	
9	1	Aceite de palma Anhídrido maleico.	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h		Prepolímero (poliol), Meko, tea, TDI	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50°C, t=30 min, agitación constante.	Barniz color café. Se separa fácilmente pues presenta baja estabilidad, al dejarse en reposo se observan dos fases y en el fondo una capa semisólida.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
							Se observa con poros en su interior.	
9 - Método 2	1	Aceite de palma Anhídrido maleico. Glicerina (99,5% pureza) Hidróxido de sodio. Cloruro de Sodio Ácido sulfúrico (99,5% pureza) Metil éstil cetona (MEK) Ácido toluen sulfónico. Tolueno Anhidrido maleico. Toluen diisocianato (TDI)	Maleinización: T= 180 °C; atmósfera de Nitrógeno, t= 3h		Prepolímero (poliol) TDI Meko TEA	Reacción con isocianato: t=3 h, T=70 ° C. Bloqueo con MEKO: T=50 °C, t=2 h. Neutralización con TEA: T=50°C, t=30 min, agitación constante.	Este producto no dio un barniz, pues se solidificó. Es una pasta sólida color café.	

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Metil etil Ketoxima (MEKO, 99,5% pureza).						
		Etanol.						
5	1. Poliol de aceite de palma crudo usando PbO	Aceite de palma crudo	Epoxidación:	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Rápido crecimiento de la espuma que solificó instantáneamonente. Espuma rígida que no es grasosa al tacto.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Toluen isocianato (TDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
6	1. Poliol de aceite de palma crudo	Aceite de palma crudo	Epoxidación:	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Reacción con continuo burbujeo y liberación de calor, luego de media hora aún no ha	
		Peróxido de	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
	NaOH.	hidrógeno					solidificado el producto, se nota un exceso de isocianato.	
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Toluen isocianato (TDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
7	1. Poliol de aceite de palma RBD NaOH.	Aceite de palma RBD	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Poliuretano semirrígido, color amarilloso y que solidificó rápidamente.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
8	1. Poliol de aceite de palma RBD PbO.	Aceite de palma RBD	Epoxidación:	# OH = 81,59 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	El producto es de consistencia pastosa y no hubo evidencia de reacción como por ejemplo liberación de calor.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Toluen isocianato (TDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
Combinada 2 y 4	1	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	La mezcla comienza a subir instantáneamente formando una espuma de baja densidad, se	
		Peróxido de	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		hidrógeno					evidencia un tamaño de poro muy grande y de baja consistencia. Este producto no permite el vaciado, ni el desmolde.	
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Toluen isocianato (TDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
	2	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	No se evidencia la reacción, se hace el vaciado al molde de un líquido viscoso color amarillo. Al cabo de 1 día aun no ha solidificado.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Silicona 193C			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Metilen diisocianato (MDI)			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Agua			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	3	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Espuma quebradiza que crece rápidamente y cuyo interior es poco compacto.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Agua	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	4	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	No se evidencia la reacción, se hace el vaciado al molde de un líquido viscoso color	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Agua	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).		amarillo cremoso.	
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
	5	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 81,59 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se obtuvo un producto compacto pero es muy frágil al contacto.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Agua	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Toluen isocianato (TDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
	6	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Material rígido al tacto, de secado rápido, no es grasoso, es de menor tamaño de poro que las espumas obtenidas anteriormente, es de densidad media. Se observa un exceso de isocianato.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	7	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Espuma rígida, de mayor densidad y menor tamaño de poro que la anterior. El color es beige, con tendencia a	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).		amarillo claro.	
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	8	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 105,52 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Espuma rígida, de mayor densidad y menor tamaño de poro que la anterior. El color es beige, con tendencia a amarillo claro.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
	9	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 81,59 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Espuma rígida, de densidad media y menor tamaño de poro que la anterior. El color es beige, con tendencia a amarillo claro.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Óxido de plomo	Tiempo = 45 min.					
			Agitación = 1300 rpm					
	10	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Poliuretano rígido arenoso, de buen aspecto.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	11	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se obtuvo un poliuretano rígido de color blanco, muy duro. No permite la agitación porque la reacción es muy rápida.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	12	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 202,43 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Polímero color beige, que presentó buena consistencia	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	13	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 418,83 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se obtuvo una espuma de color blanco de densidad alta, con poro en forma ovalada, de	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).		consistencia rígida.	
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	14	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 32,84 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se agitó manualmente, sin embargo no se evidenciaron características típicas de la reacción (cambios en temperatura, burbujeo y crecimiento de la espuma), por el contrario quedo de aspecto líquido.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Emulsión de silicona.			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	15	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 88,97 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	No se evidenció la formación de la espuma.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Toluen isocianato (TDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C		Etilendiamina			
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.		Agua			
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	16	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 88,97 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se observó burbujeo, incremento de la temperatura y un crecimiento en la espuma que se notaba	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Fórmico	Tiempo = 4 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).		sin solidificar totalmente	
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 800 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Toluen isocianato (TDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C		Etilendiamina			
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.		Agua			
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	17	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 401,4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Poliuretano rígido de buena consistencia aunque el tamaño del poro es grande	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Emulsión de silicona.			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	18	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 401,4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Polímero con un tamaño de poro pequeño y buenas propiedades de rígidez.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Emulsión de silicona.			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	19	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 437,66 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Polímero con un tamaño de poro pequeño y buenas propiedades de rígidez. Se escoge para el rango de	Módulo de Young = 33,3293 Mpa Esfuerzo máximo = 3,1673 Mpa
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).		caracterización de PU rígido.	
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	20	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 433.08 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Presenta homogeneidad, buen tamaño de poro, presenta buena rigidez.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 180°C					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 650 rpm					
	21	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Presenta homogeneidad, buen tamaño de poro y en general buen aspecto físico.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 180°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 25 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	22	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 79.97 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Se encontró que parte del poliol no reaccionó y quedó en la parte inferior, encontrándose una espuma blanca en la	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).		parte superior. La velocidad de reacción fue lenta.	
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Emulsión de silicona.			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 180°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 20 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	23	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Este poliuretano presenta buenas características, sin embargo comparado con el del mismo número de hidroxilo, pero con DEG es menor su rigidez.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		1,6 Butanodiol (BDO)	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 180°C					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 25 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	24	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Este poliuretano presenta buenas características, es un producto semirrígido.	
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 180°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 25 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	25	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Presenta buena reproducibilidad y se envía para prueba de caracterización por	Densidad = 0,133 g/cm3
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).		densidad.	
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 180°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 25 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	26	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 263.4 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Presenta buena reproducibilidad y se envía para prueba de caracterización por compresión	Módulo de Young = 1,32276 Mpa Esfuerzo máximo = 0,08760 Mpa
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 180°C					

Ruta	No. Experimento	Preparación de poliol			Preparación de Poliuretano			
		Reactivos	Condiciones de operación	Resultado de caracterización	Reactivos	Condiciones de operación	Características del producto	Resultados de caracterización
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 25 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					
	27	Fase Oleina de aceite de palma	Epoxidación:	# OH = 437,66 mg KOH/g muestra	Poliol de palma	Agitación vigorosa	Polímero con un tamaño de poro pequeño y buenas propiedades de rígidez. Se escoge para el rango de caracterización de PU rígido por densidad.	Densidad = 0,450 g/cm3
		Peróxido de hidrógeno	Temperatura = 50°C		Dietilenglicol	Temperatura ambiente		
		Ácido Fórmico	Tiempo = 3 horas		Dibutyltin Dilaurate (DBTDL).			
		Bicarbonato de sodio	Agitación = 950 rpm		Silicona 193C			
		Cloruro de sodio	Glicerólisis:		Metilen diisocianato (MDI)			
		Glicerina	Temperatura = 215°C					
		Hidróxido de sodio	Tiempo = 45 min.					
		Ácido Fosfórico	Agitación = 1300 rpm					

79

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

79

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

RECIBO DE CAJA

No. 15 - 100560

Bogotá D.C., Septiembre 14 de 2015 - 11:00:38

RECIBIDO DE : CAVELIER ABOGADOS NI 860.041.367

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR.PAGO
RECIBO DE CA	SIC ** RECIBO **	999999999	98504	08/09/2015	536.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr.UNDITARIO	Vr.CONCEPTO
1	50005-01-03	CAMBIO DE MODALIDAD Y MODIFICACIONES N.CREACION CORRECCION A SOLICITUD EN TRAMITE / MODOFICA	132.000.00	132.000.00
				$132.000.00

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

Responsable: _____
-**-

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
No. 14-023080- -00008-0000
Fecha 2015-09-18 17:34:16 Dep 2020 DIR NUEVASCR
Tra 2 PATENTES Eve 1 REGDEPOSITO
Act 412 REPOSPRESRECU Folios 79

colo-18331-801-002-6