

Drigard & Castro
Abogados

Apartado 3692

Cra. 7 16-56
Bogotá - Colombia S.A.

Tel. Conm. 3802200
Tel./Fax: (57.1) 2827976
(57.1) 3802700

E.Mail:bricas@brigardycastro.com.co

Señores

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMER
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
E. S. D.

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicacion : 04043416 00000002 Folios: 79
Fecha (AMB): 2004-07-09 16:05:59
Trámite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 444 REPUESTA
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

RÉSPUESTA A OFICIO 05376 DE JUNIO 03, 2004

REF: Expediente No. 04 043.416 - Solicitud de Patente

A favor de INTEVEP S.A.

Titulada: PAQUETE DE SURFACTANTES PARA UNA EMULSIÓN DE AGUA
EN HIDROCARBURO

RAMIRO CASTRO DUQUE, vecino de Bogotá, portador de la tarjeta profesional No. 1003, obrando como apoderado de la sociedad, INTEVEP S.A., según lo acredita el documento de poder protocolizado en esa División bajo el No. 14558, para dar cumplimiento al requerimiento notificado por fijación en lista el 03 de Junio de 2004, de acuerdo con los Artículos 38 y 39 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, me permito presentar los siguientes documentos:

1. Documento donde consta la cesión del derecho a la Patente otorgado por los inventores al solicitante, debidamente apostillado.
2. Copia certificada por la Oficina de Patentes de Estados Unidos de la primera solicitud presentada para la misma invención, de la cual REIVINDICAMOS PRIORIDAD.
3. Dibujo formal.
4. Extracto para publicación y Tarjeta de archivo temático.

De la señora Jefe atentamente,



RAMIRO CASTRO DUQUE
C.C. No. 170.322 de Bogotá
Código 340
Cra 7 No. 16-56 Piso 9

Bogotá, Julio 09, 2004
CHP/MEV/hsr.

foto 38 target
31 extracto

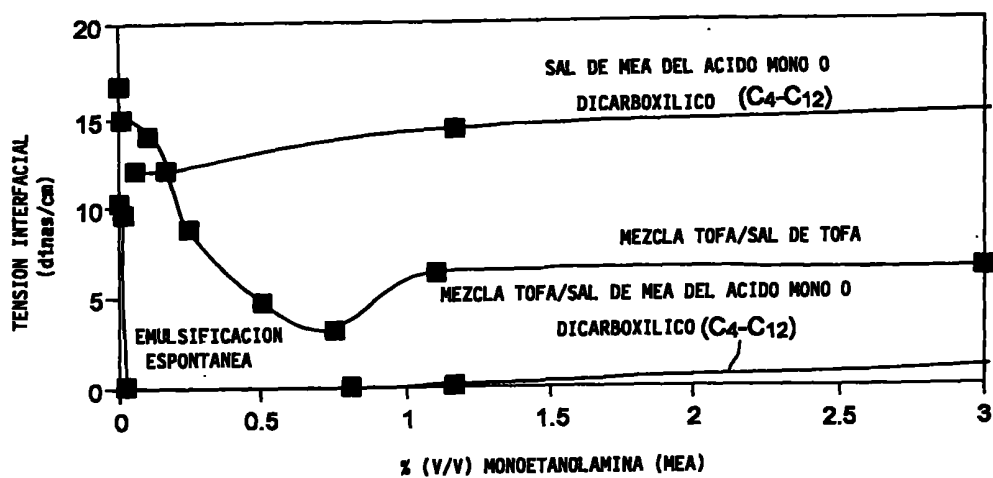


FIG. 1

3

APOSTILLE*(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)*

1. Country: United States of America

This public document

2. has been signed by L. Edelen

3. acting in the capacity of Certifying Officer

4. bears the seal/stamp of Patent and Trademark Office

Certified

5. at Washington, D.C.

6. the twenty-seventh of April, 2004

7. by Assistant Authentication Officer, United States Department of State

8. No. 04016385-2

9. Seal/Stamp:

10. Signature:

Sonya N. Johnson

47
39

A 1150026

THE UNITED STATES OF AMERICA

TO ALL TO WHOM THESE PRESENTS SHALL COME:

UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE
United States Patent and Trademark Office

April 15, 2004

THIS IS TO CERTIFY THAT ANNEXED IS A TRUE COPY FROM THE
RECORDS OF THIS OFFICE OF A DOCUMENT RECORDED ON
May 16, 2003.

By Authority of the
COMMISSIONER OF PATENTS AND TRADEMARKS

L. Edelen

L. EDELEN
Certifying Officer

05-23-2003

Form PTO-1595
(Rev. 10/02)
OMB No. 0551-0027 (exp. 6/30/2006)
Tab 1 of 1



102456221

EFT

U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE
U.S. Patent and Trademark Office

05/23/03
102456221
05/23/03

To the Honorable Commissioner of Patents and Trademarks: Please record the attached original document or copy thereof.

1. Name of conveying party(ies):

XIONDA GUTIERREZ
HERCILDO RIVIS
RODOLFO CHENQUERO
LUIS MIRCHIO

5/16/03

2. Name and address of receiving party(ies)

Name: INTEVEP, S.A.

Internal Address: AVENIDA 75963, CARRERA 1010A
VENEZUELA

Additional name(s) of conveying party(ies) attached? ☐ Yes ☒ No

3. Nature of conveyance:

- ☒ Assignment ☐ Merger
☐ Security Agreement ☐ Change of Name
☐ Other

Street Address:

City: State: Zip:

Execution Date: 5/2/2003 and 5/6/2003

Additional name(s) & address(es) attached? ☐ Yes ☒ No

4. Application number(s) or patent number(s):

10439486

5/2/2003

If this document is being filed together with a new application, the execution date of the application is: 5/5/2003

A. Patent Application No.(s)

B. Patent No.(s)

Additional numbers attached? ☐ Yes ☒ No

5. Name and address of party to whom correspondence concerning document should be mailed:

Name: GEORGE A. CORY

Internal Address: SUITE 1201

Street Address: 900 CHAPEL STREET

City: NEW HAVEN State: CT Zip: 06510

6. Total number of applications and patents involved: 1

7. Total fee (37 CFR 3.41).....\$ 40

☒ Enclosed

☒ Authorized to be charged to deposit account
for any deficiencies

8. Deposit account number: 02-0184

(Attach duplicate copy of this page if paying by deposit account)

DO NOT USE THIS SPACE

9. Statement and signature.

To the best of my knowledge and belief, the foregoing information is true and correct and any attached copy is a true copy of the original document.

GEORGE A. CORY

Name of Person Signing

Signature

5/16/2003

Date

Total number of copies including cover sheet, attachments, and documents: 2

Mail documents to be recorded with required cover sheet information to:
Commissioner of Patents & Trademarks, Box Assignments
Washington, D.C. 20231

PATENT
REEL: 014087 FRAME: 0686

05/28/2003 09:00:07 10439486

03 PENDING

40.00 00

43
X 40

41 44
X

9148-Assignment

United States Patent Office, Washington, D.C. 20540
Form 291 (Rev. 10-16-60)

Assignment

In consideration of One Dollar (\$1.00), and other good and valuable consideration, the receipt of which is hereby acknowledged, WE, the undersigned, **XIOMARA GUTIERREZ, HERCILIO RIVAS, MIGDALIA CARRASQUERO and LUIS MRCANO**, citizens and residents of **VENEZUELA**

Hereby sell, assign and transfer to **INTEVEP, S.A.**

a corporation of **VENEZUELA**
having a place of business at **Apartado 76343, Caracas 10104, VENEZUELA**
its successors, assigns and legal representatives, the entire right, title and interest for the United States and all foreign countries, in and to any and all improvements which are disclosed in the application for United States Letters Patent, which has been accepted by the undersigned commercially known and is entitled **SURFACTANT PACKAGE AND WATER IN HYDROCARBON EMULSION USING SAME**
(Attorney's Docket No. 02-686)

, and in and to said application and all divisional, continuing, substitute, renewal, reissue, and all other applications for Letters Patent which have been or shall be filed in the United States and all foreign countries on any of said improvements; and in and to all original and renewed patents which have been or shall be issued in the United States and all foreign countries on said improvements;

Agree that said Assignee may apply for and receive Letters Patent for said improvements in its own name; and that, when requested, without charge to but at the expense of said Assignee, its successors, assigns and legal representatives, to carry out in good faith the intent and purpose of this assignment, the undersigned will execute all divisional, continuing, substitute, renewal, reissue, and all other patent applications on any and all said improvements; execute all affidavits, oaths, assignments, powers of attorney and other papers; communicate to said Assignee, its successors, assigns, and representatives, all facts known to the undersigned relating to said improvements and the history thereof; and generally do everything possible which said Assignee, its successors, assigns or representatives shall consider desirable for aiding in securing and maintaining proper patent protection for said improvements and for vesting title to said improvements and all applications for patents and all patents on said improvements, in said Assignee, its successors, assigns and legal representatives; and

Covenant with said Assignee, its successors, assigns and legal representatives that no assignment, grant, mortgage, license or other agreement affecting the rights and property herein conveyed has been made to others by the undersigned, and that full right to convey the same or herein expressed is possessed by the undersigned.

Date... 05-02-2005.....

Date... 05-02-2003.....

Date... 05-02-2003.....

Date... 05-05-2003.....

Date.....

Date.....

Date.....

Date.....

Date.....

Date.....

Xiomara Gutierrez
.....(L.S.)

Hercilio Rivas
.....(L.S.)

Migdalena Carrasquero
.....(L.S.)

Luis Marcano
.....(L.S.)

.....(L.S.)

.....(L.S.)

.....(L.S.)

.....(L.S.)

.....(L.S.)

.....(L.S.)

RECORDED: 05/18/2003

PATENT
REEL: 014087 FRAME: 0667

47
42

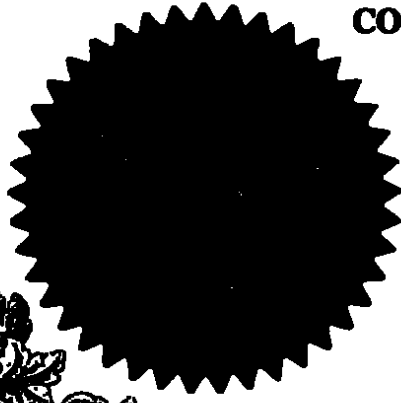
PA 1158396

THE UNITED STATES OF AMERICA**TO ALL TO WHOM THESE PRESENTS SHALL COME:****UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE****United States Patent and Trademark Office****April 21, 2004**

**THIS IS TO CERTIFY THAT ANNEXED HERETO IS A TRUE COPY FROM
THE RECORDS OF THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK
OFFICE OF THOSE PAPERS OF THE BELOW IDENTIFIED PATENT
APPLICATION THAT MET THE REQUIREMENTS TO BE GRANTED A
FILING DATE UNDER 35 USC 111.**

APPLICATION NUMBER: 10/439,486**FILING DATE: May 16, 2003**

**By Authority of the
COMMISSIONER OF PATENTS AND TRADEMARKS**


L. Edelen

**L. EDELEN
Certifying Officer**

10439486.051603

05-19-03

PTO/SB/08 (03-01)

Approved for use through 10/31/2002. OMB 0651-0032

U.S. Patent and Trademark Office, U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE

Under the Paperwork Reduction Act of 1995, no persons are required to respond to a collection of information unless it displays a valid OMB control number.

UTILITY
PATENT APPLICATION
TRANSMITTAL

(Only for new nonprovisional applications under 37 CFR 1.53(b))

Attorney Docket No.

02-625

First Inventor

XIONNA GUTIERREZ

Title

SURFACTANT PACKAGE AND WATER IN HYDROCARBON ...

Express Mail Label No.

EV 332167416 US

APPLICATION ELEMENTS

See MPEP chapter 600 concerning utility patent application contents.

1. ☒ Fee Transmittal Form (e.g., PTO/SB/17)
(Submit an original and a duplicate for fee processing)
2. ☐ Applicant claims small entity status.
See 37 CFR 1.27.
3. ☒ Specification [Total Pages 29]
(preferred arrangement set forth below)
 - Descriptive title of the invention
 - Cross Reference to Related Applications
 - Statement Regarding Fed sponsored R & D
 - Reference to sequence listing, a table, or a computer program listing appendix
 - Background of the invention
 - Brief Summary of the invention
 - Brief Description of the Drawings (if filed)
 - Detailed Description
 - Claim(s)
 - Abstract of the Disclosure
4. ☒ Drawing(s) (35 U.S.C. 113) [Total Sheets 1]
5. Oath or Declaration [Total Pages 4]
 - a. ☒ Newly executed (original or copy)
Copy from a prior application (37 CFR 1.63 (d))
 - b. ☐ (for continuation/divisional with Box 18 completed)
 1. ☐ **DELETION OF INVENTOR(S)**
Signed statement attached deleting inventor(s)
named in the prior application, see 37 CFR
1.63(d)(2) and 1.63(b).
6. ☐ Application Data Sheet. See 37 CFR 1.78

ADDRESS TO:

Assistant Commissioner for Patents
Box Patent Application
Washington, DC 20231

7. ☐ CD-ROM or CD-R in duplicate, large table or
Computer Program (Appendix)
8. Nucleotide and/or Amino Acid Sequence Submission
(if applicable, all necessary)
 - a. ☐ Computer Readable Form (CRF)
 - b. Specification Sequence Listing on:
 1. ☐ CD-ROM or CD-R (2 copies); or
 11. ☐ paper
 - c. ☐ Statements verifying identity of above copies

ACCOMPANYING APPLICATION PARTS

9. ☒ Assignment Papers (cover sheet & document(s))
10. ☐ 37 CFR 3.73(b) Statement (when there is an assignee) ☒ Power of Attorney
11. ☐ English Translation Document (if applicable)
12. ☐ Information Disclosure Statement (IDS) PTO-1449 ☐ Copies of IDS Citations
13. ☐ Preliminary Amendment
14. ☒ Return Receipt Postcard (MPEP 503)
(Should be specifically itemized)
15. ☐ Certified Copy of Priority Document(s)
(if foreign priority is claimed)
16. ☐ Nonpublication Request under 35 U.S.C. 122
(b)(2)(B)(i). Applicant must attach form PTO/SB/35
or its equivalent.
17. ☐ Other:

18. If a CONTINUING APPLICATION, check appropriate box, and supply the requisite information below and in a preliminary amendment, or in an Application Data Sheet under 37 CFR 1.78:

☐ Continuation ☐ Divisional ☐ Continuation-in-part (CIP)

of prior application No.: _____ / _____

Prior application information:

Examiner: _____

Group Art Unit: _____

For CONTINUATION OR DIVISIONAL APPS only: The entire disclosure of the prior application, from which an oath or declaration is supplied under Box 5b, is considered a part of the disclosure of the accompanying continuation or divisional application and is hereby incorporated by reference. The incorporation can only be relied upon when a portion has been inadvertently omitted from the submitted application parts.

18. CORRESPONDENCE ADDRESS

☐ Customer Number or Bar Code Labelor ☐ Correspondence address below

Name

34704

PATENT TRADEMARK OFFICE

Address

City

State

Zip Code

Country

Telephone

Fax

Name (Print/Type)

GEORGE A. DUKAKIS

Registration No. (Attorney/Agent)

34,309

Signature

Date

May 16, 2003

Burden Hour Statement: This form is estimated to take 0.2 hours to complete. Time will vary depending upon the needs of the individual case. Any comments on the amount of time you are required to complete this form should be sent to the Chief Information Officer, U.S. Patent and Trademark Office, Washington, DC 20231. DO NOT SEND FEES OR COMPLETED FORMS TO THIS ADDRESS. SEND TO: Assistant Commissioner for Patents, Box Patent Application, Washington, DC 20231.

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service as Express Mail in an envelope addressed to: "Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313" on May 16, 2003

10439486.051603

Jarice T. Staton

EXPRESS MAIL #EV332167416US

PTO/BB/17 (01-03)

Approved for use through 04/30/2003. OMB 0851-0032

U.S. Patent and Trademark Office; U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE

Under the Pre-AIA Reduction Act of 1995, no persons are required to respond to a collection of information unless it displays a valid OMB control number.

FEE TRANSMITTAL for FY 2003

Effective 01/01/2003, Patent fees are subject to annual revision.

☐ Applicant claims small entity status. See 37 CFR 1.27

TOTAL AMOUNT OF PAYMENT (\$)**970.00**

Complete if Known

Application Number	
Filing Date	
First Named Inventor	XIONRA GUTIERREZ ET AL.
Examiner Name	
Art Unit	
Attorney Docket No.	

METHOD OF PAYMENT (check all that apply)

☒ Check ☐ Credit card ☐ Money Order ☐ Other ☐ None

☒ Deposit Account:

Deposit Account Number
02-0184
Deposit Account Name
BACHMAN & LAPOINTE, P.C.

The Commissioner is authorized to: (check all that apply)

☐ Charge fee(s) indicated below ☒ Credit any overpayments

☒ Charge any additional fee(s) during the pendency of this application

☐ Charge fee(s) indicated below, except for the filing fee to the above-identified deposit account.

FEE CALCULATION

1. BASIC FILING FEE

Large Entity Fee Code (\$)	Small Entity Fee Code (\$)	Fee Description	Fee Paid
1001 750	2001 375	Utility filing fee	750
1002 330	2002 165	Design filing fee	
1003 520	2003 260	Plant filing fee	
1004 750	2004 375	Reissue filing fee	
1005 160	2005 80	Provisional filing fee	

SUBTOTAL (1) (\$)**750**

2. EXTRA CLAIM FEES FOR UTILITY AND REISSUE

Total Claims **30** - 20** = **10** x **18** = **180**
Independent Claims **2** - 3** = **0** x **0** = **0**
Multiple Dependent **0** - **0** = **0**

Large Entity Fee Code (\$)	Small Entity Fee Code (\$)	Fee Description
1202 18	2202 9	Claims in excess of 20
1201 84	2201 42	Independent claims in excess of 3
1203 280	2203 140	Multiple dependent claim, if not paid
1204 84	2204 42	** Reissue independent claims over original patent
1205 18	2205 9	** Reissue claims in excess of 20 and over original patent

SUBTOTAL (2) (\$)**180**

*or number previously paid, if greater; For Reissues, see above

FEE CALCULATION (continued)

3. ADDITIONAL FEES

Large Entity Small Entity

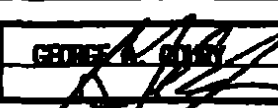
Fee Code (\$)	Fee Code (\$)	Fee Description	Fee Paid
1091 130	2091 65	Surcharge - late filing fee or oath	
1092 50	2092 25	Surcharge - late provisional filing fee or cover sheet	
1053 130	2053 130	Non-English specification	
1812 2,520	2812 2,520	For filing a request for ex parte reexamination	
1804 920*	2804 920*	Requesting publication of SIR prior to Examiner action	
1805 1,840*	2805 1,840*	Requesting publication of SIR after Examiner action	
1251 110	2251 55	Extension for reply within first month	
1252 410	2252 205	Extension for reply within second month	
1253 930	2253 465	Extension for reply within third month	
1254 1,450	2254 725	Extension for reply within fourth month	
1255 1,970	2255 985	Extension for reply within fifth month	
1401 320	2401 160	Notice of Appeal	
1402 320	2402 160	Filing a brief in support of an appeal	
1403 280	2403 140	Request for oral hearing	
1451 1,510	2451 1,510	Petition to institute a public use proceeding	
1452 110	2452 55	Petition to revive - unavoidable	
1453 1,300	2453 650	Petition to revive - unintentional	
1501 1,300	2501 650	Utility issue fee (or reissue)	
1502 470	2502 235	Design issue fee	
1503 630	2503 315	Plant issue fee	
1480 130	2480 130	Petitions to the Commissioner	
1807 50	2807 50	Processing fee under 37 CFR 1.17(q)	
1806 180	2806 180	Submission of Information Disclosure Stmt	
8021 40	28021 40	Recording each patent assignment per property (times number of properties)	40
1809 750	2809 375	Filing a submission after final rejection (37 CFR 1.129(a))	
1810 750	2810 375	For each additional invention to be examined (37 CFR 1.129(b))	
1801 750	2801 375	Request for Continued Examination (RCE)	
1802 800	2802 800	Request for expedited examination of a design application	

Other fee (specify)

*Reduced by Basic Filing Fee Paid

SUBTOTAL (3) (\$)**40**

SUBMITTED BY

Name (Print/Type)	GEORGE A. BERRY	Registration No. (If nonresident)	34,309	Telephone (203) 777-6628
Signature		Date	May 16, 2003	

WARNING: Information on this form may become public. Credit card information should not be included on this form. Provide credit card information and authorization on PTO-2038.

This collection of information is required by 37 CFR 1.17 and 1.27. The information is required to obtain or retain a benefit by the public which is to file (and by the USPTO to process) an application. Confidentiality is governed by 35 U.S.C. 122 and 37 CFR 1.14. This collection is estimated to take 12 minutes to complete, including gathering, preparing, and submitting the completed application form to the USPTO. Time will vary depending upon the individual case. Any comments on the amount of time you require to complete this form and/or suggestions for reducing this burden, should be sent to the Chief Information Officer, U.S. Patent and Trademark Office, U.S. Department of Commerce, Washington, DC 20231. DO NOT SEND FEES OR COMPLETED FORMS TO THIS ADDRESS. SEND TO: Commissioner for Patents, Washington, DC 20231.

If you need assistance in completing the form, call 1-800-PTO-8100 (1-800-786-8100) and select option 2.

45 90
10439486.051603

02-626

APPLICATION FOR LETTERS PATENT

TO ALL WHOM IT MAY CONCERN:

BE IT KNOWN THAT, XIOMARA GUTIERREZ, HERCILIO RIVAS, MIGDALIA CARRASQUERO and LUIS MARCANO, citizens and residents of VENEZUELA have invented certain new and useful improvements in SURFACTANT PACKAGE AND WATER IN HYDROCARBON EMULSION USING SAME of which the following is a specification.

BACKGROUND OF THE INVENTION

The invention relates to a surfactant package and a water-in-hydrocarbon emulsion using same.

The incorporation of water into hydrocarbons is useful for various purposes including the provision of fuels having desirable properties.

Attempts to provide water-in-hydrocarbon emulsions have met with very serious technical and economic problems due to short-term stability of emulsions formed having droplet sizes in the macroemulsion range, and further due to the large quantities of surfactants and cosolvents required to form emulsions having droplet sizes in the microemulsion range.

For example, U.S. Patent Nos. 4,568,354 and 4,568,355 to Davis et al. are drawn to processes for converting a hazy or potentially hazy water saturated alcohol-gasoline mixture into a clear stable gasoline composition having an improved octane rating. The system so produced has a water content of no more than 1% by volume, and relatively large volumes of non-ionic surfactant are used to produce this system.

Similarly, U.S. Patent Nos. 4,770,670 and 4,744,796 to Hazbun et al. also disclose the formation of stable microemulsions which contain large amounts of surfactant as compared to the water content.

Other efforts in this area include U.S. Patent No. 5,104,418, WO 99/35215, U.S. Patent No. Re.35,237, U.S. Patent No. 5,743,922, WO 97/34969, U.S. Patent No. 5,873,916 and WO 99/13031.

In spite of the disclosures in the a foregoing patents, the need remains for a water-in-hydrocarbon emulsion which is stable and which contains a desirable amount of water without the need for relatively large amounts of surfactant and/or other stabilizing agents.

It is therefore the primary object of the present invention to provide water-in-hydrocarbon emulsions which are both stable and formed using relatively small amounts of surfactant.

It is a further object of the present invention to provide a surfactant package which is useful for providing such water-in-hydrocarbon emulsions.

Other objects and advantages of the present invention will be readily apparent from a consideration of the following.

SUMMARY OF THE INVENTION

In accordance with the present invention, the foregoing objects and advantages have been readily attained.

In accordance with the invention, a surfactant package for a water-in-hydrocarbon emulsion is provided which comprises a

fatty acid component; a fatty acid salt component; an alcohol component and a salt of carboxylic acid.

In further accordance with the invention, a water-in-hydrocarbon emulsion is provided, which comprises a water phase; a hydrocarbon phase; and a surfactant package, wherein said surfactant package comprises a fatty acid component; a fatty acid salt component; an alcohol component and a salt of carboxylic acid.

In accordance with the present invention, it is found that the carboxylic acid salt component added to the surfactant package allows drastic reduction in the amount of surfactant needed to form a stable microemulsion as compared to the amount of surfactant needed without the carboxylic acid salt component.

The alcohol component is advantageously a C₄-C₈ alcohol.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWING

A detailed description of preferred embodiments of the present invention follows, with reference to the attached drawings, wherein:

Figure 1 schematically illustrates interfacial tension versus concentration of individual components of the surfactant package as well as the combined surfactant package in accordance with the present invention.

DETAILED DESCRIPTION

The invention relates to a surfactant package and a water-in-hydrocarbon emulsion using same. The emulsion is stable and can advantageously be formed using very small amounts of surfactant. Such an emulsion is useful, for example, as a combustible fuel, for example for compression ignition engines and the like. The emulsion has beneficial characteristics as a fuel including reduced emissions. Emulsions in accordance with the present invention include stable microemulsions which include a dispersed water phase and a continuous hydrocarbon phase as well as an advantageous surfactant package which, as will be discussed below, includes a combination of components which advantageously reduce the amount of surfactant needed to form the stable emulsion.

Suitable hydrocarbons for use in making emulsions of the present invention include petroleum hydrocarbons and natural gas derived products, examples of which include Diesel fuel and other low gravity hydrocarbons such as Fischer-Tropsch synthetic Diesel and paraffins C_{10} to C_{20} .

Emulsions including this hydrocarbon in accordance with the present invention have reduced NO_x emissions and C emissions, and improved opacity as compared to the hydrocarbon alone. One

example of a suitable hydrocarbon is a Diesel fuel characterized as follows:

Table 1

Sulfur content	(% wt/wt)	<0.5
Density @ 15°C	(kg/m ³)	<860
Viscosity @ 40°C	(mm ² /s)	<4.5
T95	(°C)	<370
Flash point	(°C)	>52

The water phase for use in forming emulsions in accordance with the present invention can suitably be from any acceptable water source, and is preferably a water which is available in sufficient quantities, preferably in close proximity to the location where emulsions are to be formed, and preferably at an inexpensive cost. For example, a suitable water phase could be water such as 310 ppm brine. Of course, any other water from a suitable source and having various acceptable characteristics for the end emulsion, such as use as a component of a combustible fuel, would be acceptable.

In accordance with the invention, a surfactant package is provided which advantageously allows for formation of a stable microemulsion of water-in-hydrocarbon, with surprisingly small amounts of surfactant.

According to the invention, the surfactant package preferably includes a fatty acid component and a fatty acid salt component, as well as an alcohol component and a salt of a carboxylic acid.

The fatty acid and fatty acid salt components may advantageously be provided as a tallow fatty acid which is partially neutralized with alkaline compounds such as water soluble amines. The partial neutralization using water soluble amines leaves a portion of the initial fatty acid component and the neutralized component which forms the fatty acid salt component as desired.

Suitable tallow fatty acids include blends of C_{16} - C_{22} molecules, and suitable water soluble amines for use in partial neutralization of the tallow fatty acids include monoethanolamine, ethylamine, diethylamine, triethylamine, n-propylamine, iso-propylamine, diethanolamine, triethanolamine, ethylenediamine, isopropanolamine, 2-amino-2-methyl 1-propanol and mixtures thereof.

Examples of particularly suitable fatty acids from which components of the surfactant package can be prepared or obtained include those selected from the group consisting of neat oleic acid, neat linoleic acid and mixtures thereof.

While the fatty acid and fatty acid salt components identified above can be used to obtain a stable microemulsion, it has advantageously been found in accordance with the present invention that the amount of surfactant needed can be substantially reduced through utilization of an additional component, which is the salt of carboxylic acid as identified above.

This organic salt can advantageously be formed from monocarboxylic or dicarboxylic acids preferably having between four and twelve carbon atoms in the carbon chain (C_4-C_{12}), for example those having C_4-C_8 and C_4-C_{12} molecules, respectively. This acid is neutralized using water soluble amine so as to provide the desired carboxylic acid salt for the surfactant package in accordance with the present invention, and suitable water soluble amine for use in neutralizing the mono and dicarboxylic acid includes monoethanolamine, ethylamine, diethylamine, triethylamine, n-propylamine, iso-propylamine, diethanolamine, triethanolamine, ethylenediamine, isopropanolamine, 2-amino-2-methyl 1-propanol and mixtures thereof.

Examples of particularly suitable carboxylic acids include those selected from the group consisting of dodecanodioic acid, dodecanoic acid, hexanodioic acid, hexanoic acid, pentanoic

acid, pentanodioic acid, isobutiric acid, isobutanodioic acid, octanodioic acid, octanoic acid, nonadioic acid, nonaioic acid heptanodioic acid, heptanoic acid, decanodioic acid, decanoic acid and combinations thereof.

This component can be prepared by dissolving the carboxylic acid into water along with the selected water soluble amine so as to neutralize the acid and provide the desired carboxylic acid salt. This water can be the water phase of the emulsion, or a portion thereof.

The surfactant package of the present invention is preferably provided including fatty acid component and fatty acid salt component combined in an amount between about 3.0 and about 5.5% vol based upon volume of the final emulsion. The water soluble amine is preferably between about 0.4 and about 1.2% vol based upon the emulsion.

The surfactant package in accordance with the present invention further preferably includes the carboxylic acid salt in an amount between about 0.1 and about 1.2% vol based upon the final emulsion.

In accordance with the present invention, the surfactant package has been found, advantageously, to allow for water-in-hydrocarbon emulsions wherein the ratio, by volume, of water to

surfactant package is at least about 3 and, advantageously, between about 3 and about 4.3.

This type of surfactant package can advantageously be utilized to stabilize a microemulsion of water-in-hydrocarbon wherein the water phase is present in an amount between about 5 and about 20% vol based upon the final emulsion. It should readily be appreciated that for a microemulsion containing 20% vol water this results in a ratio of water to surfactant package which is greater than about 3, and which is desirable in light of reduction in cost of surfactant package and reduction in impact of surfactant component materials upon the final characteristics of the emulsion.

Within the surfactant package itself, the fatty acid and fatty acid salt components are preferably present in a ratio by vol to the salt of carboxylic acid component of between about 3.33 and about 20.

As will be demonstrated in the examples to follow, the surfactant package in accordance with the present invention provides substantially improved results as compared to a surfactant package including only the fatty acid and fatty salt components. Under these circumstances, the present invention allows for a reduction in fatty acid required for formation of the microemulsion by about 55%.

It is believed that the surfactant package in accordance of the present invention allows for such a substantial reduction in acid needed through a synergistic effect between the partially neutralized fatty acid and the carboxylate ions of the salt of carboxylic acid.

Figure 1 shows interfacial tension as a function of concentration for a fatty acid (TOFA) and fatty acid salt (salt of TOFA) mixture, for the carboxylic acid salt alone, and for the combination which provides a surfactant package in accordance with the present invention.

As shown, the carboxylic acid salt component has a relatively high interfacial tension for the entire range of concentrations evaluated.

Also as shown, there is a range of concentration of the TOFA/salt of TOFA mixture which provides a desirably reduced interfacial tension.

It is clear, however, that the combination of these components provides substantially improved interfacial tension characteristics, including spontaneous emulsification at very low concentrations. This is desirable from the standpoint of reduced cost for surfactant as well as reduced quantities of surfactant which can affect qualities of the final emulsion product.

In further accordance with the invention, and as set forth above, emulsions are prepared including in the surfactant package and/or emulsion a water soluble and/or partially water soluble alcohol, specific preferred examples of which include C₄-C₈ alcohols such as n-butanol, iso-butanol, ter-butanol, n-pentanol, n-hexanol, 2-ethyl hexanol and combinations thereof. The alcohol component serves to improve qualities of the microemulsion as desired. For example, the additional components identified above can act as cosolvents which can allow for preparation of a more stable microemulsion.

In further accordance with the invention, examples of suitable fatty acids for use as the fatty acid component of the present surfactant package include neat oleic acid, neat linoleic acid and mixtures thereof.

The fatty acid salt component can advantageously be a salt formed from such fatty acids, preferably using a water soluble amine such as those identified above. These water soluble amines can be used to partially neutralize the fatty acid component so as to provide both the fatty acid component and fatty acid salt component as desired.

As set forth in co-pending U.S. Patent Application Serial No. 09/565,556, this combination of surfactant components can

provide for a stable microemulsion through provision of surfactant package components having different HLB values.

The emulsion and surfactant package for use in forming same can advantageously be used to provide an alternative fuel which is advantageously thermodynamically stable over a wide range of storage and handling conditions, and which is visually transparent. This emulsion as a fuel also shows great potential for reducing undesirable exhaust emissions.

The microemulsion of the present invention can be prepared using the process as described in co-pending U.S. Patent Application 09/565,556, and/or as described below.

Suitable supplies of both water phase and hydrocarbon phase are obtained.

The process can be started with the formation of a coarse dispersion of the water and hydrocarbon phases, which is refined and homogenized by turbulence-length scales of decreasing size (through mixing mechanisms associated with turbulent diffusion). The final stage of mixing involves microscale engulfment and stretching where the ultra low surface tension results in the formation of a microemulsion. Where no ultra-low interfacial tension is achieved, the fineness of the dispersion, for a given surfactant package, depends upon the intensity of the turbulence.

In order to form a suitable microemulsion, the water phase, hydrocarbon phase and surfactant package are preferably combined in the desired volumes and subjected to a mixing intensity (W/kg) which can be selected to provide the desired type of emulsion. In accordance with the invention, to form a microemulsion, it may be desirable to utilize a mixing intensity of between about 1 W/kg and about 10,000 W/kg. On an in-line production scale, the mixing intensity is more preferably between about 100 and about 1000 W/kg. If production rates are not critical, average mixing intensities between about 1 W/kg and about 100 W/kg also provide a stable microemulsion. Mixing according to the invention advantageously results in a desirable stable microemulsion having an average droplet size of between about 100Å and about 700Å. Emulsions formed according to the invention are advantageously stable in that the emulsion will retain an average droplet diameter, when stored under normal ambient conditions, for at least about 1 year and typically for an indefinite period of time.

The mixing intensity referred to herein is presented as average mixing intensity, averaged over the mixing profile of a vessel. Depending upon the mixing intensity and mixing time used, different orders of mixing intensity can be encountered within the mixing vessel. For example, mixing can be

accomplished in accordance with the present invention utilizing a Rushton impulsor coupled to a Heidolph motor for providing the desired mechanical energy dissipation rate or mixing intensity. In a typical vessel mixed with this equipment, while the vessel may be mixed having an average energy dissipation rate of about 1 W/kg, the mixing intensity in close proximity to the mixing apparatus can in actuality be closer to the order of 100 W/kg. Mixing under such conditions will be referred to herein as mixing at an average mixing intensity of about 1 W/kg, or in the alternative, as 1-100 W/kg.

With other equipment, such as a rotor-stator mixer, the mixing intensity can be made nearly uniform.

It should also be noted that the mixing intensity as referred to herein relates to the energy dissipation rate as measured in power dissipated per unit mass of liquid in the mixer. The flow is assumed to be turbulent.

Suitable mixing equipment is readily available to the person of ordinary skill in the art. Examples of suitable mixing equipment are set forth above and in the examples to follow.

It should also be noted that various additional additives can be incorporated into the emulsion depending upon desired characteristics and intended use of the final emulsion product.

The following examples demonstrate the advantageous formation of stable microemulsions using surfactant packages in accordance with the present invention, with substantially reduced amounts of surfactants.

EXAMPLE 1

The effect of the concentration of tallow fatty acid (TOFA) on the formation of a water in Diesel microemulsion containing 15% v/v water is shown in this example. Different surfactant components and combinations were used to form emulsions, and Table 2 below sets forth results obtained using various different surfactant components and packages.

Table 2

Sample No.	Vol% Diesel	Surfactant	Vol% Surfactant	Vol% Monoethanol amine (MEA)	Vol% Hexanol	Observation
1	69.6	Tallow fatty acid (TOFA) salt of TOFA	11.0	1.2	2	Base microemulsion
2	(76.3-75.8)	Tallow fatty acid (TOFA)/amine salt of TOFA	5.0	(0.5-1.2)	2	Macroemulsion water in oil unstable
3	(79.6-72)	Amine salt of dodecanedioic acid	1.2	(0.5-1.2)	2	Water with oil are not blend
4	(75.3-74.6)	Tallow fatty acid (TOFA)/amine salt of TOFA/amine salt of dodecanedioic acid	5/1.2	(0.65-0.75)	2	Microemulsion water in oil

As shown, at least 11% v/v of TOFA alone is required for obtaining a transparent microemulsion. This example further shows that the presence of an amine salt of dodecanodioic acid reduced the concentration of the tallow fatty acid required to produce the microemulsion to 5% v/v. The amine salt of dodecanodioic acid by itself was not able to produce the microemulsion. Z

Sample No. 1 was prepared using only the tallow fatty acid/amine salt of tallow fatty acid mixtures, and 11% surfactant was required in order to form a stable microemulsion.

Sample 2 was prepared using only 5% of the same surfactant package as used for Sample No. 1, and an unstable macroemulsion resulted.

Sample No. 3 was prepared using 1.2% of amine salt of dodecanodioic acid, and no emulsion at all was formed.

Finally, Sample No. 4 was prepared using the 5% of tallow fatty acid/salt of tallow fatty acid mixture along with 1.2% of amine salt of dodecanodioic acid. As noted, a stable microemulsion of water in oil was provided. It should be noted that this in connection with an emulsion having 15% vol of water. Thus, the emulsion prepared using Sample No. 4 advantageously has a ratio of water to tallow fatty acid/amine salt of tallow fatty acid of 3.

It should also be noted that the results demonstrated above were obtained including hexanol in an amount of 2% vol as a cosolvent.

EXAMPLE 2

In this example the amine dodecanodioic salt was used at different concentrations in the formation of microemulsions containing 15% v/v of water and 5% v/v of TOFA. Results are shown in Table 3 below.

Table 3

Sample No.	Volt Diesel	Volt Surfactant Tallow fatty acid (TOFA)	Volt Amine salt of dodecanodioic acid	Volt Monoethanol amine (MEA)	Volt n-hexanol	Observation
1	(75.3-75.2)	5	1	(0.70-0.80)	2	Microemulsion water in oil
2	(75.5-75.4)		0.8	(0.70-0.80)		Microemulsion water in oil
3	(75.65-75.60)		0.6	(0.8-0.9)		Microemulsion water in oil stable
4	(75.7-75.6)		0.5	(0.8-0.9)		Microemulsion water in oil stable
5	(75.4-75.2)		0.4	(0.7-0.9)	2.5	Microemulsion water in oil stable

As shown, even at values of 0.4% v/v of the amine dodecanodioic salt, microemulsion formation is obtained.

EXAMPLE 3

This example shows that by keeping the amine dodecanodioic salt concentration at 0.4% (v/v), a microemulsion containing 15% (v/v) water can be formed with a TOFA concentration as low as 3.0% (v/v). Results are shown in Table 4 below.

Table 4

Sample No.	Volt Diesel	Volt Surfactant TOFA	Volt amine salt of dodecanodioic acid	Volt Monoethanol amine (MEA)	Volt hexanol	Observation
1	76.3	4.0	0.4	0.80-0.90	2.5	Microemulsion water in oil
2	76.8	3.5				
3	77.3	3.0				

EXAMPLE 4

This example shows that by keeping the amine dodecanodioic salt concentration at 0.4% (v/v), a microemulsion containing 15% (v/v) water can be formed with a TOFA concentration as low as 3.0% (v/v). Results are shown in Table 5 below.

Table 5

Sample No.	Volt Diesel	Volt Surfactant TOFA/amine salt of hexanodioic acid	Volt Monoethanolamine (MEA)	Volt 2-ethyl-hexanol	Volt water	Observation
1	(91.5-91.4)	1.5/0.1	0.40-0.50	1.5	5	Microemulsion water in oil
2	(83.1-81.9)	3.0/0.2	0.70-0.90	3	10	Microemulsion water in oil
3	(70.8-70.5)	5/0.3	0.9-1.20	3	20	Microemulsion water in oil

EXAMPLE 5

This Example shows that the microemulsion from Example 4 (sample 1) can be formed using 2 ethyl-hexanol instead of hexanol. Results are shown in Table 6 below.

Table 6

Sample No.	Volt Diesel	Volt Surfactant tallow fatty acid (TOFA)	Volt amine salt of dodecanedioic acid	Volt Monoethanol amine	Volt 2-ethyl-hexanol	Observation
1	(78.5-76.7)	4	0.4	(0.60-0.90)	1.5-3.0	Microemulsion water in oil

EXAMPLE 6

This example shows that the microemulsion from Example 5 (Sample 1) can be formed using 0.4% (v/v) of amine salts of different carboxylic acids. Table 7 shows the results obtained.

Table 7

Sample No.	Volt Diesel	Surfactant	Volt Surfactant	Volt MEA	Volt 2-ethyl-hexanol	Observation
1	(78.5-76.4)	TOFA/amine salt of hexanodioic Acid	4/0.4	(0.6-1.2)	1.5-3.0	Microemulsion
2	(78.5-76.8)	TOFA/amine salt of hexanoic acid	4.5/0.4	(0.6-0.75)		
3	(78.5-76.7)	TOFA/amine salt pentanoic acid	4.5/0.4	(0.6-0.9)		
4	(78.5-76.6)	TOFA/amine salt of isobutiric acid	5/0.4	(0.6-1.0)		
5	(78.5-76.4)	TOFA/amine salt of octanodioic acid	4/0.4	(0.6-1.2)		
6	(75.7-75.4)	TOFA/amine salt of nonadidioic acid	4/0.4	(0.9-1.2)		

It should be appreciated that a surfactant package and water-in-hydrocarbon emulsion including same have been provided which exhibit advantageous characteristics in terms of stability, reduced surfactant quantities, and desirable characteristics of the final product.

This invention may be embodied in other forms or carried out in other ways without departing from the spirit or essential characteristics thereof. The present embodiment is therefore to be considered as in all respects illustrative and not restrictive, the scope of the invention being indicated by the appended claims, and all changes which come within the meaning and range of equivalency are intended to be embraced therein.

WHAT IS CLAIMED:

1. A surfactant package for a water-in-hydrocarbon emulsion, comprising:
 - a fatty acid component;
 - a fatty acid and salt component;
 - an alcohol component; and
 - a salt of carboxylic acid.
2. The surfactant package of claim 1, wherein said fatty acid component is selected from the group consisting of neat oleic acid, neat linoleic acid and mixtures thereof.
3. The surfactant package of claim 1, wherein said fatty acid salt component comprises a salt of a fatty acid and a water soluble amine.
4. The surfactant package of claim 3, wherein said water soluble amine is selected from the group consisting of monoethanolamine, ethylamine, diethylamine, triethylamine, n-propylamine, iso-propyl amine, diethanolamine, triethanolamine, ethylenediamine, isopropanolamine, 2-amino-2-methyl 1-propanol and mixtures thereof.

5. The surfactant package of claim 1, wherein said carboxylic acid is selected from the group consisting of monocarboxylic acid, dicarboxylic acid and combinations thereof.

6. The surfactant package of claim 1, wherein said carboxylic acid comprises C₄-C₁₂ molecules.

7. The surfactant package of claim 1, wherein said salt of said carboxylic acid is a salt of an acid selected from the group consisting of dodecanodioic acid, dodecanoic acid, hexanodioic acid, hexanoic acid, pentanoic acid, pentanodioic acid, isobutiric acid, isobutanodioic acid, octanodioic acid, octanoic acid, nonadioic acid, nonanoioic acid, heptanodioic acid, heptanoic acid, decanodioic acid, decanoic acid and combinations thereof.

8. The surfactant package of claim 1, wherein said salt of said carboxylic acid is a salt of water soluble amine and said carboxylic acid.

9. The surfactant package of claim 8, wherein said water soluble amine is selected from the group consisting of monoethanolamine, ethylamine, diethylamine, triethylamine, n-

propylamine, iso-propyl amine, diethanolamine, triethanolamine, ethylenediamine, isopropanolamine, 2-amino-2-methyl 1-propanol and mixtures thereof.

10. The surfactant package of claim 1, wherein said salt of carboxylic acid comprises carboxylate ions.

11. The surfactant package of claim 1, wherein said fatty acid component and said fatty acid salt component are present in a ratio by volume to said salt of carboxylic acid of between about 3.33 and about 20.

12. The surfactant package of claim 1, wherein said alcohol component comprises C₄-C₈ alcohols.

13. A water-in-hydrocarbon emulsion, comprising a water phase; a hydrocarbon phase; and a surfactant package, wherein said surfactant package comprises:

- a fatty acid component;
- a fatty acid salt component;
- an alcohol component; and
- a salt of carboxylic acid.

14. The emulsion of claim 13, wherein said fatty acid component is selected from the group consisting of neat oleic acid, neat linoleic acid and mixtures thereof.

15. The surfactant package of claim 13, wherein said fatty acid salt component comprises a salt of a fatty acid and a water soluble amine.

16. The surfactant package of claim 15, wherein said water soluble amine is selected from the group consisting of monoethanolamine, ethylamine, diethylamine, triethylamine, n-propylamine, iso-propyl amine, diethanolamine, triethanolamine, ethylenediamine, isopropanolamine, 2-amino-2-methyl 1-propanol and mixtures thereof.

17. The surfactant package of claim 13, wherein said carboxylic acid is selected from the group consisting of mono-carboxylic acid, dicarboxylic acid and combinations thereof.

18. The surfactant package of claim 13, wherein said carboxylic acid comprises C₄-C₁₂ molecules.

19. The surfactant package of claim 13, wherein said salt of said carboxylic acid is a salt of water soluble amine and said carboxylic acid.

20. The surfactant package of claim 19, wherein said water soluble amine is selected from the group consisting of monoethanolamine, ethylamine, diethylamine, triethylamine, n-propylamine, iso-propyl amine, diethanolamine, triethanolamine, ethylenediamine, isopropanolamine, 2-amino-2-methyl 1-propanol and mixtures thereof.

21. The surfactant package of claim 13, wherein said salt of carboxylic acid comprises carboxylate ions.

22. The surfactant package of claim 13, wherein said salt of said carboxylic acid is a salt of an acid selected from the group consisting of dodecanodioic acid, dodecanoic acid, hexanodioic acid, hexanoic acid, pentanoic acid, pentanodioic acid, isobutiric acid, isobutanodioic acid, octanodioic acid, octanoic acid, nonadioic acid, nonanoic acid, heptanodioic acid, heptanoic acid, decanodioic acid, decanoic acid and combinations thereof.

23. The surfactant package of claim 13, wherein said fatty acid component and said fatty acid salt component are present in a ratio by volume to said salt of carboxylic acid of between about 3.33 and about 20.

24. The emulsion of claim 13, wherein said emulsion contains said water phase in an amount between about 5% vol and about 20% vol based upon volume of said emulsion.

25. The emulsion of claim 13, wherein said fatty acid component and said fatty acid salt component are present in an amount between about 3.0% vol and about 5.5% vol based upon volume of said emulsion.

26. The emulsion of claim 25, wherein said salt of said carboxylic acid is present in an amount between about 0.1% vol and about 1.2% vol based upon volume of said emulsion.

27. The emulsion of claim 26, wherein said emulsion has a ratio by volume of said water phase to said surfactant package of at least about 3.0.

28. The emulsion of claim 13, wherein said alcohol component comprises C₄-C₈ alcohol.

29. The emulsion of claim 13, wherein said hydrocarbon phase is Diesel fuel.

30. The emulsion of claim 13, wherein said emulsion is a stable microemulsion.

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

A surfactant package for a water-in-hydrocarbon emulsion includes a fatty acid component; a fatty acid salt component; an alcohol component and a salt of carboxylic acid. Emulsions formed using this surfactant package are stable and have ratios of water to surfactant of at least about 3.

Practitioner's Docket No. 02-626

PATENT

COMBINED DECLARATION AND POWER OF ATTORNEY(ORIGINAL, DESIGN, NATIONAL STAGE OF PCT, SUPPLEMENTAL, DIVISIONAL,
CONTINUATION, OR C-I-P)

As a below named inventor, I hereby declare that:

TYPE OF DECLARATIONThis declaration is of the following type: ☒ original.

(check one)

☐ design.☐ supplemental.☐ national stage of PCT.☐ divisional.☐ continuation.☐ continuation-in-part (C-I-P)**INVENTORSHIP IDENTIFICATION**

My residence, post office address and citizenship are as stated below, next to my name. I believe that I am the original, first and sole inventor (*if only one name is listed below*) or an original, first and joint inventor (*if plural names are listed below*) of the subject matter that is claimed, and for which a patent is sought on the invention entitled:

TITLE OF INVENTION**SURFACTANT PACKAGE AND WATER IN HYDROCARBON
EMULSION USING SAME****SPECIFICATION IDENTIFICATION**

the specification of which:

(a) ☒ is attached hereto.(b) ☐ was filed on _____, as Serial No. _____
and was amended on _____ (*if applicable*).(c) ☐ was described and claimed in PCT International Application No. _____, filed
on _____ and as amended under PCT Article 19 on _____ (*if
applicable*).

ACKNOWLEDGEMENT OF REVIEW OF PAPERS AND DUTY OF CANDOR

I hereby state that I have reviewed and understand the contents of the above-identified specification, including the claims, as amended by any amendment referred to above.

I acknowledge the duty to disclose information, which is material to patentability as defined in 37, Code of Federal Regulations, § 1.56, and which is material to the examination of this application, namely, information where there is a substantial likelihood that a reasonable Examiner would consider it important in deciding whether to allow the application to issue as a patent, and

☐ in compliance with this duty, there is attached an information disclosure statement, in accordance with 37 C.F.R. § 1.98.

PRIORITY CLAIM

I hereby claim foreign priority benefits under Title 35, United States Code, §§ 119(a)-(d) of any foreign application(s) for patent or inventor's certificate or of any PCT international application(s) designating at least one country other than the United States of America listed below and have also identified below any foreign application(s) for patent or inventor's certificate or any PCT international application(s) designating at least one country other than the United States of America filed by me on the same subject matter having a filing date before that of the application(s) of which priority is claimed. Such applications have been filed as follows:

**PRIOR FOREIGN/PCT APPLICATION(S) FILED WITHIN 12 MONTHS
(6 MONTHS FOR DESIGN) PRIOR TO THIS APPLICATION
AND ANY PRIORITY CLAIMS UNDER 35 U.S.C. § 119(a)-(d)**

COUNTRY (OR INDICATE IF PCT)	APPLICATION NO.	DATE OF FILING (day, month, year)	PRIORITY CLAIMED UNDER 37 USC 119
			YES/NO
			YES/NO
			YES/NO
			YES/NO
			YES/NO

POWER OF ATTORNEY

I hereby appoint the practitioners practicing at the following Customer Number to prosecute this application and transact all business in the Patent and Trademark Office connected therewith.



34704

PATENT TRADEMARK OFFICE

SEND CORRESPONDENCE TO:

The above Customer Number.

DIRECT TELEPHONE CALLS TO:

George A. Coury
(203) 777-6628 - ext. 113

DECLARATION

I hereby declare that all statements made herein of my own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code, and that such willful false statements may jeopardize the validity of the application or any patent issued thereon.

SIGNATURE(S)

Full name of sole or first inventor:

Xiomena Gutierrez
(signature)Name: Xiomena GutierrezDate: 05-02-2003Country of Citizenship: Venezuela

Residence Address:

Av. Miranda, Pto. Miranda, Toru M.
Apt. 44-A, El Paraíso, Caracas,
Venezuela

Post Office Address: (SAME AS ABOVE)

Full name of second joint inventor, if any:

Hercilio Rivas
(signature)Name: Hercilio RivasDate: 05-02-2003Country of Citizenship: Venezuela

Residence Address:

Conj. Res. Los Piques Edo. Guatopo,
piso 9 Apt. 9-2, Av. Leopolda Aguirre
Caracas, Venezuela

Post Office Address: (SAME AS ABOVE)

Full name of three inventor:

Higelia Carrasquero
(signature)Name: Higelia CarrasqueroDate: 05-02-2003Country of Citizenship: Venezuela

Residence Address:

Miranda State, Los Teques, El Encan-
to - Edif. Atupia, P.O. Box 2-66
Venezuela

Post Office Address: (SAME AS ABOVE)

Full name of fourth inventor

Luis Marciano
(signature)Name: Luis MarcianoDate: 05-05-2003Country of Citizenship: VENEZUELA

Residence Address:

Miranda State, Los Teques
Edif. 1-75-4790 2 F-77 Venezuela

Post Office Address: (SAME AS ABOVE)

THIS DECLARATION ENDS WITH THIS PAGE.

22 82
 [Handwritten marks]

Practitioner's Docket No. 02-626

ADDED PAGE TO COMBINED DECLARATION AND POWER OF ATTORNEY FOR SIGNATURE BY FIFTH AND SUBSEQUENT INVENTORS

Full name of fifth inventor:

(signature) _____

Name: _____

Date: _____

Country of Citizenship: _____

Residence Address: _____

Post Office Address: (SAME AS ABOVE)

Full name of seventh joint inventor,

(signature) _____

Name: _____

Date: _____

Country of Citizenship: _____

Residence Address: _____

Post Office Address: (SAME AS ABOVE)

Full name of sixth joint inventor

(signature) _____

Name: _____

Date: _____

Country of Citizenship: _____

Residence Address: _____

Post Office Address: (SAME AS ABOVE)

Full name of eighth joint inventor

(signature) _____

Name: _____

Date: _____

Country of Citizenship: _____

Residence Address: _____

Post Office Address: (SAME AS ABOVE)



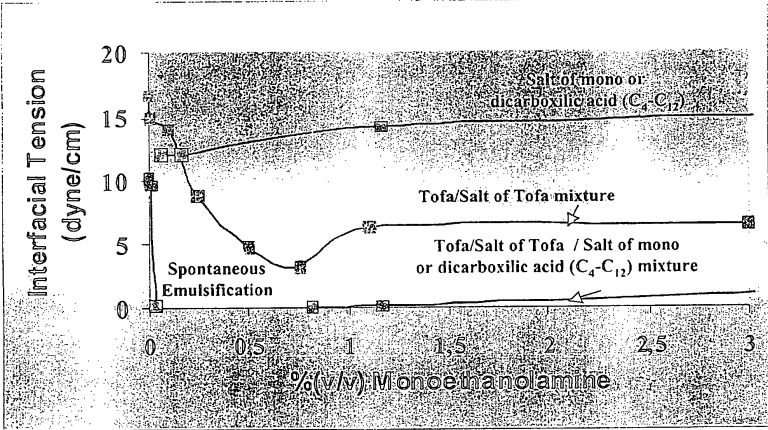


FIG. 1

10439436.051603

72

72

29 *EF*
HL
TRADUCCIÓN DEL INGLÉS AL CASTELLANO de la Solicitud de Patente
de los Estados Unidos No. 10/439,486 relacionada con:

**PAQUETE DE TENSOACTIVO Y EMULSIÓN DE AGUA EN
HIDROCARBURO QUE LO USA**

ANEXOS. La Solicitud de Patente de los Estados Unidos Serie No.
10/439,486 arriba mencionada. Declaración y Poder, Solicitud de Patente,
Certificación del Comisionado de Patentes y Marcas de los Estados Unidos de
América.

LOS ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA

**DEPARTAMENTO DE COMERCIO DE LOS ESTADOS UNIDOS DE
AMÉRICA**

Oficina de Patentes y Marcas de los Estados Unidos

Abril 21 de 2004

ESTE PARA CERTIFICAR QUE ANEXO AL PRESENTE SE
ENCUENTRA UNA FIEL COPIA TOMADA DE LOS REGISTROS DE LA
OFICINA DE PATENTES Y MARCAS DE LOS ESTADOS UNIDOS DE
AQUELLOS DOCUMENTOS DE LA SOLICITUD DE PATENTE
IDENTIFICADA ABAJO LA CUAL CUMPLE LOS REQUISITOS PARA
CONCEDERLE UNA FECHA DE PRESENTACIÓN BAJO LA NORMA 35
USC 111.

NUMERO DE SOLICITUD: *10/439,486*
FECHA DE PRESENTACIÓN: *Mayo 16 de 2003*

SELLO ADHERIDO

**Por autorización de
COMISIONADO DE PATENTES Y MARCAS
L. EDELEN (Firmado)
L. ELEDEN
Funcionario de Certificaciones**

SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION

88 86
H

A QUIENES PUEDA CORRESPONDER:

TENGASE POR SABIDO QUE, XIOMARA GUTIERREZ, HERCILIO RIVAS, MIGDALIA CARRASQUERO y LUIS MARCANO, ciudadanos y residentes de VENEZUELA han inventado ciertas mejoras nuevas y útiles en PAQUETE DE TENSOACTIVO Y EMULSION DE AGUA EN HIDROCARBURO QUE LO USA del cual la siguiente es la descripción.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

La invención se refiere a un paquete de surfactantes y una emulsión de agua en hidrocarburo que utiliza este paquete.

La incorporación del agua en los hidrocarburos es eficaz por varias razones incluyendo la producción de combustibles con propiedades deseables.

Los esfuerzos para producir las emulsiones de agua en hidrocarburo tuvieron problemas técnicos y económicos muy serios debido a la estabilidad a corto plazo de las emulsiones formadas con tamaños de gota en el rango de macro-emulsión, y debido también a las grandes cantidades de surfactantes y co-solventes requeridos para formar las emulsiones con tamaños de gotas en el rango de micro-emulsión.

Por ejemplo, las Patentes U.S. Nos. 4,568,354 y 4,568,355 otorgadas a Davis et al. publican los procesos para convertir una mezcla oscura o potencialmente oscura de agua saturada de alcohol-gasolina en una composición de gasolina clara y estable con un porcentaje de octano mejorado. El sistema así producido tiene un contenido de agua de no más de 1% en volumen, y relativamente grandes volúmenes de surfactantes no iónicos son utilizados para producir este sistema.

Similarmente, las patentes U.S. Nos. 4,770,670 y 4,744,796 otorgadas a Hazbun et al. también publican la formación de micro-emulsiones estables que contienen grandes cantidades de surfactantes comparado al contenido de agua.

B2 ~~48~~
~~N~~

Otros esfuerzos en esta área incluyen Patentes U.S. Nos. 5,104,418, WO 99/35215, U.S. Patente Nos. Re.35,237, Patente U.S. 5,743,922, WO 97/34969, Patente P.S. No. 5,873,916, y WO 99/13031.

A pesar de las publicaciones de las patentes anteriores, queda todavía la necesidad de encontrar una emulsión de agua en hidrocarburo que es estable y que contiene una cantidad deseable de agua sin tener que utilizar cantidades relativamente grandes de surfactantes y/o otros agentes estabilizadores

Por lo tanto, el principal objetivo de la presente invención es proveer emulsiones de agua en hidrocarburo, las cuales son no solamente estables pero también que pueden ser formadas usando cantidades relativamente pequeñas de surfactantes.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un paquete de surfactantes que es eficaz en la producción de estas emulsiones de agua en hidrocarburo.

Otros objetivos y ventajas de la presente invención serán ampliados más adelante.

SUMARIO DE LA INVENCION

De acuerdo con la presente invención, los siguientes objetivos y ventajas anteriores son fácilmente obtenidos.

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un paquete de surfactantes para una emulsión de agua en hidrocarburo que

comprende un componente de ácido graso; un componente de sal de ácido graso; un componente de alcohol y una sal de ácido carboxílico.

Todavía de acuerdo con la presente invención, se proporciona una emulsión de agua en hidrocarburo, que comprende una fase de agua; una fase de hidrocarburo; y un paquete de surfactantes, en donde dicho paquete de surfactantes comprende un componente de ácido graso; un componente de sal de ácido graso; un componente de alcohol y una sal de ácido carboxílico.

De acuerdo con la presente invención, se encontró que el componente de sal de ácido carboxílico agregado al paquete de surfactantes permite una reducción drástica en la cantidad de surfactantes necesarios para formar una micro-emulsión estable en comparación con la cantidad de surfactantes que son necesarios sin el componente de sal de ácido carboxílico.

El componente de alcohol es ventajosamente un alcohol $C_4 - C_8$.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Se provee a continuación una descripción detallada de las realizaciones preferidas de la presente invención, en referencia a los dibujos anexos:

La Figura 1 ilustra esquemáticamente la tensión interfacial contra la concentración de los componentes individuales del paquete de surfactantes, como también el paquete de surfactantes combinado de acuerdo con la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

La invención se refiere a un paquete de surfactantes y a una emulsión de agua en hidrocarburo que lo utiliza. La emulsión es estable y puede ser formada convenientemente usando muy pequeñas cantidades de surfactantes. Esta emulsión es útil, por ejemplo como combustible, por ejemplo para máquinas de ignición por compresión y similares. La emulsión tiene características beneficiosas como combustible incluyendo emisiones reducidas. Las emulsiones según la presente invención incluyen micro-emulsiones estables, las cuales incluyen una fase dispersa de agua y una fase continua de hidrocarburo como también un paquete de surfactantes ventajoso que, como se explica más adelante, incluye una combinación de componentes que reducen ventajosamente la cantidad de surfactantes necesarios para formar la emulsión estable.

Los hidrocarburos adecuados para ser usados en la elaboración de las emulsiones de la presente invención incluyen hidrocarburos de petróleo y productos derivados de gas natural, por ejemplo el combustible Diesel y otros hidrocarburos de baja gravedad tales como el Diesel sintético Fischer-Tropsch y las parafinas C₁₀ a C₂₀.

De acuerdo con la presente invención, las emulsiones que incluyen este hidrocarburo han reducido las emisiones NO_x, las emisiones C, y han mejorado la opacidad en comparación con el hidrocarburo solo. Un ejemplo de un hidrocarburo adecuado es un combustible Diesel caracterizado como sigue:

85 91

TABLA 1

Contenido de azufre	(% peso/peso)	<0.5
Densidad @ 15°C	(kg/m ³)	<860
Viscosidad @ 40°C	(mm ² /s)	<4.5
T95	(°C)	<370
Temperatura de inflamabilidad	°C)	>52

La fase de agua para ser usada en la formación de las emulsiones según la presente invención puede ser convenientemente cualquier fuente de agua aceptable, y preferiblemente debe ser una agua que es disponible en cantidades suficientes, preferiblemente muy cerca de la localización donde las emulsiones están siendo formadas, y preferiblemente a un costo económico. Por ejemplo, una fase de agua adecuada puede ser agua 310 ppm de salmuera. Naturalmente, cualquier otra agua proveniente de una fuente adecuada y con varias características aceptables para la emulsión final, puede ser aceptable.

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un paquete de surfactantes que permite de manera ventajosa la formación de una micro-emulsión estable de agua en hidrocarburo, con cantidades sorprendentemente pequeñas de surfactantes.

De acuerdo con la presente invención, el paquete de surfactantes preferiblemente incluye un componente de ácido graso y un componente de sal de ácido graso, como también un componente de alcohol y una sal de ácido carboxílico.

86 92
115

Los componentes del ácido graso y la sal de ácido graso pueden ser proporcionados ventajosamente como un ácido graso seboso, el cual es parcialmente neutralizado con los compuestos alcalinos tales como las aminas solubles en agua. La neutralización parcial usando las aminas solubles en agua dejan una porción del componente de ácido graso inicial y el componente neutralizado que forma el componente de sal de ácido graso, como es deseable.

Los ácidos grasos sebosos adecuados incluyen las mezclas de las moléculas C_{16} - C_{22} , y las aminas solubles en agua adecuadas para su uso en la neutralización de los ácidos grasos sebosos incluyen monoetanolamina, etilamina, dietilamina, trietilamina, n-propilamina, iso-propilamina, dietanolamina, trietanolamina, etilenodiamina, isopropanolamina, 2-amino-2-metil 1-propanol y mezclas de ellos.

Los ejemplos de ácidos grasos particularmente adecuados desde donde los componentes del paquete de surfactantes pueden ser preparados o obtenidos incluyen aquellos seleccionados del grupo constituido por ácido oleico puro, ácido linoleico puro y mezclas de ellos.

Mientras el ácido graso y los componentes de sal de ácido graso identificados anteriormente pueden ser usados para obtener una micro-emulsión estable, se encontró ventajosamente según la presente invención, que la cantidad de surfactantes que se necesita puede ser substancialmente reducida a través de la utilización de un componente adicional, que es la sal del ácido carboxílico como fue identificada anteriormente.

La sal orgánica puede ser formada ventajosamente a partir de los ácidos monocarboxílicos o dicarboxílicos que tienen entre cuatro y doce átomos de carbón en la cadena de carbón (C_4 - C_{12}), por ejemplo

8+ 92

aquellos que tienen moléculas $C_4.C_8$ y $C_4.C_{12}$, respectivamente. Este ácido es neutralizado usando amina soluble en agua a fin de obtener la sal de ácido carboxílico deseada para el paquete de surfactantes de acuerdo con la presente invención, y la amina soluble en agua adecuada para ser usada en la neutralización del ácido mono y dicarboxílico incluye monoetanolamina, etilamina, dietilamina, trietilamina, n-propilamina, isopropilamina, dietanolamina, trietanolamina, etilenolamina, isopropanolamina, 2-amino-2-metil 1-propanol y mezclas de ellos.

Los ejemplos de ácidos carboxílicos particularmente adecuados incluyen los que son seleccionados del grupo constituido por ácido dodecanodioico, ácido dodecanoico, ácido hexanodioico, ácido hexanoico, ácido pentanoico, ácido pentanodioico, ácido isobutírico, ácido isobutanodioico, ácido octanodioico, ácido octanoico, ácido nonodioico, ácido nonaioico, ácido heptanodioico, ácido heptanoico, ácido decanodioico, ácido decanoico y combinaciones de ellos.

Este componente puede ser preparado disolviendo el ácido carboxílico en agua junto con la amina soluble en agua seleccionada a fin de neutralizar el ácido y obtener la sal de ácido carboxílico deseada. Esta agua puede ser la fase de agua de la emulsión, o una porción de la misma.

El paquete de surfactantes de la presente invención es preferiblemente obtenido al incluir el componente de ácido graso y el componente de sal del ácido graso combinado en una cantidad entre 3.0 y 5.5% basado en el volumen de la emulsión final. La amina soluble en agua es preferiblemente entre 0.4 y 1.2% en volumen basado sobre la emulsión.

88 93
H

De acuerdo con la presente invención, el paquete de surfactantes además incluye preferiblemente la sal de ácido carboxílico en una cantidad entre 0.1 y 1.2% en volumen basado sobre la emulsión final.

De acuerdo con la presente invención, se encontró que el paquete de surfactantes permite obtener, de manera conveniente, las emulsiones de agua en hidrocarburo en donde la relación, por volumen, de agua a paquete de surfactantes sea de por lo menos 3, y ventajosamente, entre 3 y 4,3.

Este tipo de paquete de surfactantes puede ser utilizado eficazmente para estabilizar una micro-emulsión de agua en hidrocarburo en donde la fase de agua está presente en una cantidad entre 5 y 20% en volumen basado en la emulsión final. Se debe fácilmente entender que para una micro-emulsión que contiene 20% en volumen de agua, esto resulta en una relación de agua a paquete de surfactantes mayor que 3, lo que es deseable desde el punto de vista de la reducción en el costo del paquete de surfactantes y la reducción en el impacto de los materiales del componente de surfactantes sobre las características finales de la emulsión.

Dentro del paquete de surfactantes en sí, el ácido graso y los componentes de la sal del ácido graso están presentes preferiblemente en una relación por volumen a la sal del componente del ácido carboxílico de 3.3 y 20.

Como se demostrará en los siguientes ejemplos, el paquete de surfactantes según la presente invención proporciona resultados substancialmente mejorados en comparación con el paquete de surfactantes que incluye solamente ácido graso y componentes de sal del ácido graso. Bajo estas circunstancias, la presente invención

89 44
H
permite obtener una reducción del ácido graso requerido para la formación de la micro-emulsión de 55%.

* Se cree que el paquete de surfactantes de acuerdo con la presente invención permite obtener esta substancial reducción en el ácido que se necesita a través de un efecto sinérgico entre el ácido graso parcialmente neutralizado y los iones carboxílicos de la sal del ácido carboxílico.

La Figura 1 muestra la tensión interfacial como una función de concentración para una mezcla de ácido graso (TOFA) y de sal del ácido graso (sal de TOFA), para la sal del ácido carboxílico sola, y para la combinación que provee un paquete de surfactantes de acuerdo con la presente invención.

Como se puede observar, el componente de la sal de ácido carboxílico tiene una tensión interfacial relativamente alta para todo el rango de concentraciones evaluadas.

También como se puede observar, existe un rango de concentración de TOFA/sal de la mezcla de TOFA que proporciona una tensión interfacial deseablemente reducida.

Sin embargo, es evidente que la combinación de estos elementos proporciona características de tensión interfacial substancialmente mejoradas, incluyendo la emulsificación espontánea con concentraciones muy bajas. Esto es deseable desde el punto de vista de reducción de costos de surfactante como también reducción en las cantidades de surfactantes que pueden afectar la calidad del producto de la emulsión final.

40 PG
H

Adicionalmente, de acuerdo con la presente invención, y como se explicó anteriormente, las emulsiones son preparadas incluyendo en el paquete de surfactantes y/o emulsión un alcohol soluble en agua y/o parcialmente soluble en agua, cuyos ejemplos específicos preferidos incluyen alcoholes C₄-C₈ tales como n-butanol, iso-butanol, ter-butanol, n-pentanol, n-hexanol, 2-etil hexanol y combinaciones de ellos. El componente de alcohol sirve para mejorar las propiedades de la micro-emulsión, como se desea. Por ejemplo, los componentes adicionales identificados anteriormente pueden actuar como co-solventes que pueden permitir la preparación de una micro-emulsión mucho más estable.

Además, de acuerdo con la presente invención, los ejemplos de los ácidos grasos adecuados para ser usados como componentes de ácido graso del presente paquete de surfactantes incluye ácido oleico puro, ácido linoleico puro y mezclas de ellos.

El componente de sal de ácido graso puede ser convenientemente una sal formada de estos ácidos grasos, preferiblemente usando una amina soluble en agua tales como aquellas identificadas anteriormente. Estas aminas solubles en agua pueden ser usadas para neutralizar parcialmente el componente de ácido graso a fin de obtener tanto el componente de ácido graso como el componente de sal de ácido graso, como se desea.

Como se determinó en la Aplicación co-pendiente de la Patente No. 09/565,556, esta combinación de los componentes del surfactante puede proporcionar una micro-emulsión estable a través de la provisión de los componentes del paquete de surfactantes que tienen diferentes valores HLB.

41 96
JH

La emulsión y el paquete de surfactantes usado para la formación de la misma pueden ser utilizados convenientemente para obtener un combustible alternativo que tiene la ventaja de ser termodinámicamente estable sobre un amplio rango de condiciones de almacenamiento y de manejo, y que es visualmente transparente. Esta emulsión como combustible también muestra un gran potencial en la reducción de emisiones de escape indeseables.

La micro-emulsión de la presente invención puede ser preparada usando el proceso como se describió en la Aplicación co-pendiente de la Patente U.S. 09/565,556 y/o como se describe más adelante.

Los suministros adecuados de tanto de la fase de agua como de la fase de hidrocarburo son obtenidos.

Se puede empezar el proceso con la formación de una dispersión aproximada de las fases de agua y de hidrocarburo, que es refinada y homogenizada por las escalas de duración de la turbulencia de tamaño decreciente (a través de mecanismos de mezclado asociados con la difusión turbulenta). La etapa final del mezclado involucra la sumersión y el estiramiento donde la tensión ultra baja de la superficie resulta en la formación de una micro-emulsión. La excelencia de la dispersión, para un paquete de surfactantes dado, depende de la intensidad de la turbulencia en donde no se logró la tensión interfacial ultra baja.

A fin de formar una micro-emulsión adecuado, la fase de agua, la fase de hidrocarburo y el paquete de surfactantes son preferiblemente combinados en los volúmenes deseados y sometidos a una intensidad de mezcla (W/kg) que puede ser seleccionada para obtener el tipo deseado de emulsión. De acuerdo con la presente invención, para

formar una micro-emulsión, puede ser deseable utilizar una intensidad de mezcla de entre 1 W/kg y 10.000 W/kg. En una escala de producción en línea, la intensidad de mezcla es más preferiblemente entre 100 y 1000 W/kg. Si las tasas de producción no son críticas, las intensidades de mezcla medio entre 1 W/kg y 100 W/kg también proveen una micro-emulsión estable. De acuerdo con la presente invención, la mezcla resulta convenientemente en una micro-emulsión estable deseable con un tamaño de gota medio de entre 100Å y 700Å. Las emulsiones formadas de acuerdo con la presente invención son ventajosamente estables ya que la emulsión retendrá un diámetro medio de gota, cuando es almacenada bajo condiciones ambientales normales, durante por lo menos 1 año y típicamente durante un período de tiempo indefinido.

La intensidad de mezcla referida aquí es presentada como una intensidad de mezcla medio, teniendo como término medio el perfil de mezcla de un recipiente. Se puede encontrar dentro del recipiente de mezcla diferentes órdenes de intensidad de mezcla dependiendo de la intensidad de mezcla y del tiempo de mezcla usados. Por ejemplo, la mezcla puede lograrse de acuerdo con la presente invención utilizando un impulsor Rushton acoplado a un motor Heidolph para obtener la tasa de disipación de energía mecánica descada o la intensidad de la mezcla. Cuando la mezcla se hace en un recipiente típico con este equipo, y mientras tiene una tasa de disipación de energía media de 1 W/kg, la intensidad de mezcla muy cerca del aparato de mezcla puede ser en la actualidad más cerca del orden de 100 W/kg. El mezclado bajo estas condiciones está referido aquí como mezclado a una intensidad de mezcla medio de 1 W/kg, o alternativamente como 1-100 W/kg.

93 98
JH
Con otro equipo, como por ejemplo la mezcladora rotor-stator, la intensidad de mezcla puede hacerse casi de manera uniforme.

Se puede también observar que la intensidad de la mezcla como se refiere aquí se relaciona con la tasa de disipación de energía cuando es medida en fuerza disipada por unidad de masa del líquido en el mezclador. Se considera que el flujo es turbulento.

Los equipos de mezcla adecuados son fácilmente disponibles para el experto en el arte. Los ejemplos de equipos de mezcla adecuados han sido determinados anteriormente y en los siguientes ejemplos.

Se debe también notar que pueden ser incorporados varios aditivos adicionales a la emulsión, dependiendo de las características deseadas y el uso futuro del producto de la emulsión final.

Los ejemplos siguientes demuestran la formación ventajosa de las micro-emulsiones estables usando los paquetes de surfactantes de acuerdo con la presente invención, con cantidades substancialmente reducidas de surfactantes.

EJEMPLO 1

El efecto de la concentración del ácido graso seboso (TOFA) sobre la formación de una micro-emulsión de agua en Diesel que contiene 15% v/v de agua se muestra en este ejemplo: Diferentes componentes de surfactantes y combinaciones fueron usados para formar las emulsiones, y la siguiente Tabla 2 determina los resultados obtenidos cuando se usa varios componentes diferentes de surfactantes y paquetes.

94 94

16

Tabla 2

Muestra No.	Vol % Diesel	Surfactante	Vol % Surfactante	Vol % Monoetanol Amina (MEA)	Vol % Hexanol	Observación
1	69,8	Acido graso Seboso(TOFA) Sal de TOFA	11,0	1,2	2	Base micro-emulsión
2	(76,5-75,8)	Acido graso (TOFA)/sal amina TOFA	5,0	(0,5-1,2)	2	Agua en Aceite Macro-Emulsión inestable
3	(79,6-72)	Sal amina de Acido dodecanodioico	1,2	(0,5-1,2)	2	Agua con Aceite no se mezclan
4	(75,3-74,6)	Acido graso Seboso (TOFA)/sal de amina de TOFA/ sal de amina de ácido dodecanodioico	5/1,2	(0,65-0,75)	2	Agua en aceite micro-Emulsión

Como se puede ver, se requiere solamente por lo menos 11% v/v de TOFA para obtener una micro-emulsión transparente. Este ejemplo además muestra que la presencia de una sal de amina de ácido dodecanodioico redujo la concentración del ácido graso seboso requerido para producir la micro-emulsión a 5% v/v. La sal de amina del ácido dodecanodioico en sí no fue capaz de producir la micro-emulsión.

La muestra No. 1 fue preparada usando solamente las mezclas del ácido graso seboso y de la sal de amina del ácido graso seboso, y se necesitó 11% de surfactante a fin de formar una micro-emulsión estable.

La muestra No. 2 fue preparada usando solamente 5% del mismo paquete de surfactantes como se utilizó en la Muestra No. 1, y resultó en una macro-emulsión inestable.

La muestra No. 3 fue preparada usando 1.2% de sal de amina del ácido dodecanodioico, y no se formó ninguna emulsión.

Finalmente, la muestra No. 4 fue preparada usando los 5% de la mezcla de ácido graso seboso/sal del ácido graso seboso junto con 1.2% de sal de amina del ácido dodecanodioico. Como se puede notar, se obtuvo una micro-emulsión estable de agua en aceite. Se debe también observar que esto es en conexión con una emulsión con 15% en volumen de agua. Por lo tanto, la emulsión preparada usando la Muestra No. 4 tiene ventajosamente una relación de agua a ácido graso seboso/sal de amina de ácido graso seboso de 3.

Se debe también notar que los resultados demostrados anteriormente fueron obtenidos al incluir hexanol en una cantidad de 2% en volumen como un co-solvente.

EJEMPLO 2

En este ejemplo, la sal de amina del ácido dodecanodioico fue usada en diferentes concentraciones en la formación de las micro-emulsiones conteniendo 15% v/v de agua y 5% de TOFA. Los resultados son mostrados en la siguiente Tabla 3.

96 ~~AD~~

76

Tabla 3

Muestra No.	Vol% Diesel	Vol % Surfactante Acid.graso Seboso (TOFA)	Vol % sal De amina De ácido dodecanodioico	Vol % Amina Monoetanol (MEA)	Vol % n-hexanol	Observación
1	(75,3-75,2)	5	1	(0,70-0,80)	2	Micro-Emulsión agua en aceite
2	(75,5-75,4)		0,8	(0,70-0,80)		Micro-Emulsión agua en aceite
3	(75,65-75,60)		0,6	(0,8-0,9)		Micro-emulsión de agua en aceite estable
4	(75,7-75,6)		0,5	(0,8-0,9)		Micro-emulsión de agua en aceite estable
5	(75,4-75,2)		0,4	(0,7-0,9)	2,5	Micro-emulsión de agua en aceite estable

Como se puede observar, se pudo obtener la formación de la micro-emulsión aún en los valores de 0,4% v/v de la sal de amina de ácido dodecanodioico.

EJEMPLO 3

Este ejemplo muestra que al mantener la concentración de la sal de amina de ácido dodecanodioico a 0,4% (v/v), se puede formar una

92 102

[Handwritten signature]

micro-emulsión que contiene 15% (v/v) de agua con una concentración TOFA tan baja como 3.0% (v/v). Los resultados son mostrados en la siguiente Tabla 4.

TABLA 4

No. Muestra	Vol % Diesel	Vol % Surfactante TOFA	Vol % sal de amina de Acido dodecanodioico	Vol amina % Monoetanol (MEA)	Vol % hexanol	Observación
1	76,3	4,0				
2	76,8	3,5	0,4	0,80-0,90	2,5	Microemuls. Agua en Aceite
3	77,3	3,0				

EJEMPLO 4

Este ejemplo muestra la combinación de diferentes relaciones de mezcla surfactante de la TOFA y la sal de amina del ácido dodecanodioico para preparar microemulsiones con concentraciones de agua entre 5 y 20% (v/v). Los resultados son expuestos en la siguiente Tabla 5.

98 #7

#6

Tabla 5

No.Muestra	Vol % diesel	Vol % Surfactante TOFA/sal Amina de Acido hexanodioico	Vol % Monoetanolamina (MEA)	Vol % 2-Etil.hexanol	Vol % agua	Observación
1	(91,5-91,4)	1,5/0,1	0,40-0,50	1,5	5	Microemulsión Agua en aceite
2	(83,1-81,9)	3,0/0,2	0,70-0,90	3	10	Microemulsión Agua en aceite
3	(70,8-70,5)	5/0,3	0,9-1,20	3	20	Microemulsión Agua en aceite

EJEMPLO 5

Este ejemplo muestra que la micro-emulsión del Ejemplo 3 (muestra 1) puede ser formada usando 2 etil-hexanol en vez de hexanol. Los resultados son determinados en la siguiente Tabla 6.

Tabla 6

No.Muestra	Vol % diesel	Vol % Surfactante Acido gras. Seboso (TOFA)	Vol % Sal amina De ácido dodecanodioico	Vol % Monoetanol amina	Vol % 2 Etil-hexanol	observación
1	(78,5-76,7)	4	0,4	(0,60-0,90)	1,5-3,0	Microemulsión Agua en aceite

EJEMPLO 6

Este ejemplo muestra que la micro-emulsión del Ejemplo 5 (Muestra 1) puede ser formada usando 0,5% (v/v) de sales de amina de

49 104

[Handwritten signature]

diferentes ácidos carboxílicos. La Tabla 7 muestra los resultados obtenidos:

Tabla 7

NoMuestra	Vol % Diesel	Surfactante	Vol % Surfactante	Vol % MEA	Vol % 2-Etil-hexanol	Observación
1	(78,5-76,4)	TOFA/sal Amina de ácido hexanodioico	4/0,4	(0,6-1,2)	1,5-3,0	Microemulsión
2	(78,5-76,8)	TOFA/sal de Amina de Ácido Hexanoico	4,5/0,4	(0,6-0,75)		
3	(78,5-76,7)	TOFA/sal de Amina de Ácido Pentanoico	4,5/0,4	(0,6-0,9)		
4	(78,5-76,6)	TOFA/sal de Amina de Ácido Isobutirico	5/0,4	(0,6-1,0)		
5	(78,5-76,4)	TOFA/sal de Amina de Ácido Octanodioico	4/0,4	(0,6-1,2)		
6	(75,7-75,4)	TOFA/sal de Amina de Ácido nonadioico	4/0,4	(0,9-1,2)		

Queda entendido que un paquete de surfactantes y una emulsión de agua en hidrocarburo que incluye este paquete han sido proporcionados; ellos exhiben características ventajosas en cuanto a

100 105

la estabilidad, las cantidades reducidas de surfactantes, y características deseables del producto final.

HL

Esta invención puede ser realizada de otras maneras y llevada a cabo de otras formas sin alejarse del espíritu y características esenciales de la misma. Por lo tanto, la presente realización debe ser considerada en todos sus aspectos como de carácter ilustrativo y no restrictivo. Las reivindicaciones anexas indican el alcance de la invención y pretenden abarcar todos los cambios que encuentren cabida en el significado y rango de equivalencia de la presente invención.

101 746
H

REIVINDICACIONES

1. Un paquete de surfactantes para una emulsión de agua en hidrocarburo comprende:
Un componente de ácido graso;
Un ácido graso y un componente de sal;
Un componente de alcohol; y
Una sal de ácido carboxílico.
2. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho componente de ácido graso es seleccionado del grupo constituido por ácido oleico puro, ácido linoleico puro y mezclas de ellos.
3. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho componente de sal de ácido graso comprende una sal de ácido graso y una amina soluble en agua.
4. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 3, en donde dicha amina soluble en agua es seleccionada del grupo constituido por monetanolamina, etilamina, dietilamina, trietilamina, n-propilamina, iso-propil amina, dietanolamina, trietanolamina, etilenodiamina, isopropanolamina, 2-amino-2metil 1-propanol, y mezclas de ellos.
5. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho ácido carboxílico es seleccionado del grupo constituido por ácido monocarboxílico, ácido dicarboxílico, y combinaciones de ellos.

6. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho ácido carboxílico comprende las moléculas C₄-C₁₂.
7. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicha sal de dicho ácido carboxílico es una sal de un ácido seleccionado del grupo constituido por ácido dodecanodioico ácido dodecanoico, ácido hexanodioico, ácido hexanoico, ácido pentanoico, ácido pentanodioico, ácido isobutirico, ácido isobutanodioico, ácido octanodioico, ácido octanoico, ácido nonodioico, ácido nonanoico, ácido heptanodioico, ácido heptanoico, ácido decanodioico, ácido decanoico, y combinaciones de ellos.
8. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicha sal de dicho ácido carboxílico es una sal de amina soluble en agua y dicho ácido carboxílico.
9. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 8, en donde dicha amina soluble en agua es seleccionada del grupo constituido por monetanolamina, etilamina, dietilamina, trietilamina, n-propilamina, isopropil amina, dietanolamina, trietanolamina, etilenodiamina, isopropanolamina, 2-amino-2-metil 1-propanol, y mezclas de ellos.
10. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicha sal de ácido carboxílico comprende iones de carboxilato.

103 107
X

11. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho componente de ácido graso y dicho componente de sal del ácido graso están presentes en una relación en volumen a dicha sal de ácido carboxílico de entre 3,33 y 20.
12. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 1, en donde dicho componente de alcohol comprende alcoholes C₄-C₈.
13. Una emulsión de agua en hidrocarburo comprende una fase de agua, una fase de hidrocarburo, y un paquete de surfactantes, en donde dicho paquete de surfactantes comprende:

Un componente de ácido graso;
Un componente de sal de ácido graso;
Un componente de alcohol; y
Una sal de ácido carboxílico.
14. La emulsión de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicho componente de ácido graso es seleccionado del grupo constituido por ácido oleico puro, ácido linoleico puro, y mezclas de ellos.
15. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicho componente de sal de ácido graso comprende una sal de un ácido graso y una amina soluble en agua.
16. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 15, en donde dicha amina soluble en agua es seleccionada del

104 109
VL

grupo constituido por monoetanolamina, etilamina, dietilamina, trietilamina, n-propilamina, iso-propil amina, dietanolamina, trietanolamina, etilenodiamina, isopropanolamina, 2-amino-2-metil 1-propanol, y mezclas de ellos.

17. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicho ácido carboxílico es seleccionado del grupo constituido por ácido monocarboxílico, ácido dicarboxílico, y combinaciones de ellos.
18. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicho ácido carboxílico comprende moléculas C_4-C_{12} .
19. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicha sal de dicho ácido carboxílico es una sal de amina soluble en agua y dicho ácido carboxílico.
20. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 19, en donde dicha amina soluble en agua es seleccionada del grupo constituido por monetanolamina, etilamina, dietilamina, trietilamina, n-propilamina, iso-propil amina, dietanolamina, trietanolamina, etilenodiamina, isopropanolamina, 2-amino-2-metil 1-propanol, y mezclas de ellos.
21. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicha sal de ácido carboxílico comprende iones de carboxilato.



22. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicha sal de ácido carboxílico es una sal de un ácido seleccionado del grupo constituido por ácido dodecanodioico, ácido dodecanoico, ácido hexanodioico, ácido hexanoico, ácido pentanoico, ácido pentanodioico, ácido isobutirico, ácido isobutanodioico, ácido octanodioico, ácido octanoico, ácido nonodioico, ácido nonanoico, ácido heptanodioico, ácido heptanoico, ácido decanodioico, ácido decanoico, y combinaciones de ellos.
23. El paquete de surfactantes de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicho componente de ácido graso y dicho componente de sal de ácido graso están presentes en una relación en volumen a dicha sal de ácido carboxílico de entre 3,33 y 20.
24. La emulsión de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicha emulsión contiene dicha fase de agua en una cantidad de entre 5% en volumen y 20% en volumen basado sobre el volumen de dicha emulsión.
25. La emulsión de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicho componente de ácido graso y dicho componente de sal de ácido graso están presentes en una cantidad entre 3,0% vol. y 5,5%% vol. basado sobre el volumen de dicha emulsión.
26. La emulsión de acuerdo con la reivindicación 25, en donde dicha sal de dicho ácido carboxílico está presente en una cantidad de 0,1% en volumen y 1,2% en volumen basado sobre el volumen de dicha emulsión.

H

27. La emulsión de acuerdo con la reivindicación 26, en donde dicha emulsión tiene una relación en volumen de dicha fase de agua a dicho paquete de surfactantes de por lo menos 3.0.
28. La emulsión de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicho componente de alcohol comprende alcohol C_4-C_8 .
29. La emulsión de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicho fase de hidrocarburo es combustible Diesel.
30. La emulsión de acuerdo con la reivindicación 13, en donde dicha emulsión es una micro-emulsión estable.

ESTUDIOS INTERFACIALES : Efecto Sinergístico

-Tensión Interfacial en función de la concentración de la MEA

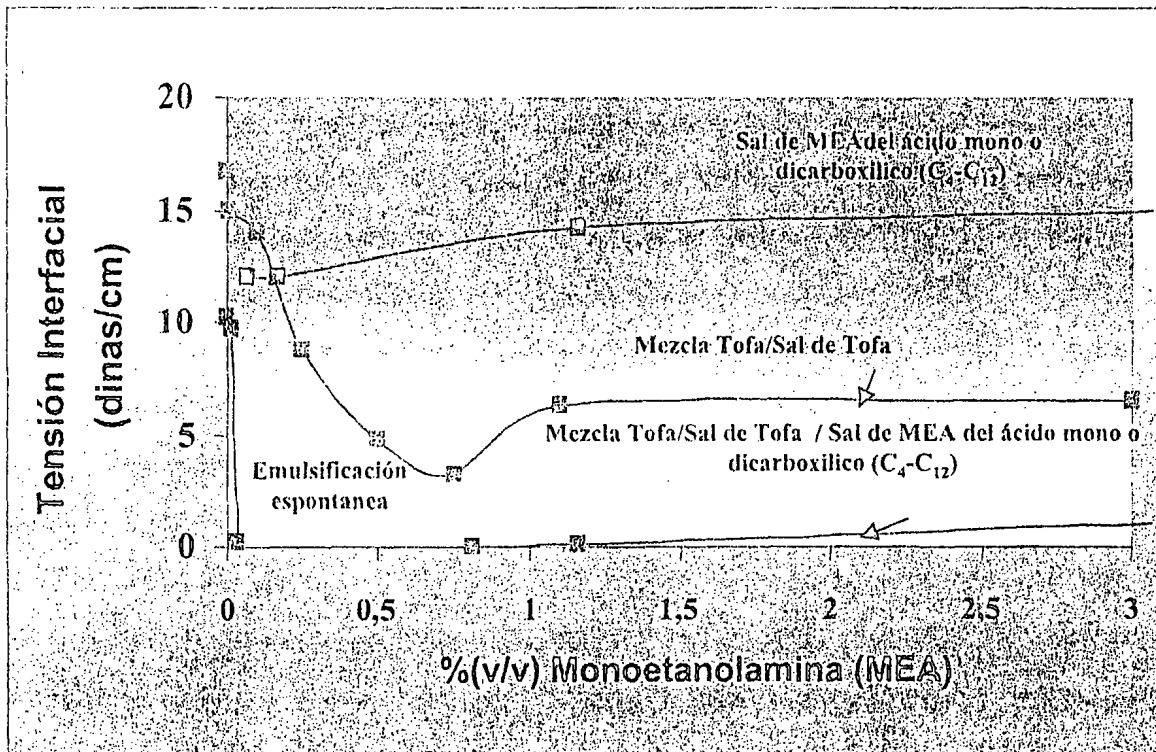


FIGURA 1

100 113
\$5

RESUMEN

Un paquete de surfactantes para una emulsión de agua en hidrocarburo incluye un componente de ácido graso; un componente de sal de ácido graso; un componente de alcohol y una sal de ácido carboxílico. Las emulsiones formadas usando este paquete de surfactantes son estables y tienen relaciones de agua a surfactantes de por lo menos 3.



Radicación No 04-43416

Concepto No. 813

Clasificación Internacional de Patentes C 10 L 1/32

Practicado el examen de acuerdo a lo establecido en el Art. 38 de la Decisión 486 se determinó que esta solicitud de Patente de Invención:

REVISION TECNICA

- SI ☒ NO ☐ Contiene un resumen de la invención (Art.26-e).
- SI ☒ NO ☐ Contiene el título o nombre de la invención (Art.27-d).
- SI ☒ NO ☐ Contiene la descripción de la invención (Art.26-b).
- SI ☒ NO ☐ NO APLICA ☐ Contiene los dibujos necesarios para comprender la invención (Art.26-d)
- SI ☒ NO ☐ Contiene una o más reivindicaciones. (Art.26-c).
- SI ☐ NO ☐ NO APLICA ☒ Han sido desarrollados los productos y/o procedimientos a partir de recursos genéticos o de sus productos derivados de los que cualquiera de los Países Miembros es país de origen. (Art. 26- h).
- SI ☐ NO ☐ NO APLICA ☒ Los productos y/o procedimientos han sido obtenidos o desarrollados a partir de los conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas, afroamericanas, o locales de los países miembros, de acuerdo a lo establecido en la Decisión 391 y sus modificaciones y reglamentaciones vigentes.(Art.26-i).
- SI ☐ NO ☐ La invención se refiere a un producto relativo a un material biológico. (Art.26-j).
- SI ☒ NO ☐ NO APLICA ☐ La prioridad coincide con la materia reivindicada.
- SI ☒ NO ☐ **CUMPLE LOS REQUISITOS TÉCNICOS**

REVISION JURIDICA

- SI ☒ NO ☐ NO APLICA ☐ Presentó el documento en que consta la cesión del derecho a la patente otorgado por el inventor al solicitante o a su causante (art. 26-k, Dec 486/2000).
- SI ☒ NO ☐ NO APLICA ☐ Presentó el poder otorgado al abogado, con el lleno de los requisitos jurídicos exigidos.
- SI ☒ NO ☐ NO APLICA ☐ Acredita la existencia y representación de la sociedad solicitante.
- SI ☒ NO ☐ NO APLICA ☐ Presento la copia certificada de la prioridad invocada en los términos establecidos en los artículos 10 y 11, Dec. 486.
- SI ☒ NO ☐ **CUMPLE LOS REQUISITOS JURÍDICOS**

[] OBSERVACIONES Y OTROS:

EXAMINADOR 202027
Bogotá D. C., 29-09-2004

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 350 5220
E-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia



110

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Folio 115

2020
Bogotá DC**Doctor(a)**
RAMIRO CASTRO DUQUE
Apoderado(a)

REFERENCIA:	Radicación No.	04-43416
	Trámite	002
	Evento	001
	Actuación	416
	Oficio No.	1642
	Folios	001

Teniendo en cuenta que la solicitud de privilegio de patente que se tramita bajo el expediente indicado en la referencia, reúne los requisitos de forma establecidos en los artículos 26 y 27 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, y en las demás disposiciones vigentes sobre la materia, se envía el extracto de la solicitud a la Oficina de Comunicaciones para efecto de su publicación en la Gaceta de Propiedad Industrial.

De acuerdo con lo previsto por el artículo 40 de la Decisión 486/00, la publicación en este caso se hará a partir del día 11 de noviembre de 2005.

Cúmplase**Dado en Bogotá DC, a los****29 OCT. 2004**
ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de la División de Nuevas Creaciones

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 350 5220
E-mail: info@slc.gov.co
www.slc.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia