



No. 09-149589-00002-0000

Fecha: 2010-06-21 12:24:51 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Evt. 1 REGDEPOSITO
Act. 400 OPOSIOBSERVTER Folios: 9

FORMULARIO

1 OPOSICIÓN A SOLICITUD DE:

☒ Patente de Invención	☐ Marca Colectiva
☐ Patente de Modelo de Utilidad	☐ Marca de Certificación
☐ Diseño Industrial	☐ Lema Comercial
☐ Esquema de Trazado para Circuitos Integrados	☐ Marcas de Productos o Servicios
	☐ Denominación de Origen

2 SOLICITUD PUBLICADA

Número del expediente: 09-149-589
Solicitante: ODIN ENERGY SANTA MARTA CORPORACIÓN S.A.
Apoderado: _____
Título de la nueva creación o denominación del signo: MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE FAME'S EN BIODIESEL POR CROMATOGRFIA DE GAS.
Gaceta: 614 PAG. 590

3 OPOSICIÓN PRESENTADA POR:

OPOSITOR	Nombre: <u>FEDERACIÓN NACIONAL DE BIOCOMBUSTIBLES DE COLOMBIA</u>	IDENTIFICACIÓN	
	Dirección: <u>Cra. 7 No. 32-29 OF. 2002</u>	☐ C.C.	☒ NIT
	Nacionalidad o Domicilio: <u>BOGOTÁ</u>	☐ C.E.	☐ Otro
	Lugar de Constitución: <u>BOGOTÁ</u>	Cual	
	Teléfono: <u>3422885</u> Fax: <u>2881856</u>	Número: <u>830-138-048-8</u>	
	E-mail: <u>alsam60@yahoo.com</u>		

REPRESENTANTE O APODERADO	Nombre: <u>JORGE BENDECK OLIVELLA</u>	IDENTIFICACIÓN	
	Dirección: <u>Cra. 7 No. 32-29 OF 2002</u>	☒ C.C.	☐ NIT
	Teléfono: <u>3421552</u> Fax: <u>2881856</u>	☐ C.E.	☐ Otro
	E-mail: <u>Presidencia@fedebio.combustibles.com</u>	Cual	
		Número: <u>3304888</u> TP	

En caso de haber presentado poder general para asuntos que se adelanten ante la Delegatura de Propiedad Industrial, sírvase indicar el número de radicación (del poder): _____

4 FUNDAMENTOS DE LA OPOSICIÓN

Causal: _____
Signo fundamento de la oposición: _____
Expediente y/o registro de la marca opositora (De ser marca el signo fundamento de la oposición): _____
Justificación: _____

5 PRÓRROGA ☐ SI ☐ NO
Comprobante de pago No. _____ Fecha: _____

6 INVOCACIÓN DE NOTORIEDAD ☐ SI ☐ NO
Comprobante de pago No. _____ Fecha: _____

7 TARIFA DE LA OPOSICIÓN
Comprobante de pago No. 4400569-5 Fecha: 18-06-10

8 ANEXOS

- ☒ Comprobante de pago de la tasa.
- ☐ Poderes, si fuera el caso.
- ☐ Pruebas de los fundamentos de la oposición.
- ☐ Documentos que acrediten el legítimo interés , si fuere el caso.
- ☐ Documento que acredite la existencia y representación legal de la persona jurídica peticionaria, en cuanto no estén inscritas en alguna Cámara de Comercio del País.
- ☐ Copias para traslado.
- ☐ Tasa de próroga.
- ☐ Tasa de invocación de notoriedad.
- ☐ Tasa de la oposición.

9 Nombre y firma

Nombre: JORGE BENDECK OLIVELLA

Firma

C.C. 3309883 T.P.

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página

Bogotá, Junio 18 del 2010.

Señores,
Superintendencia de Industria y Comercio.
Ciudad.

Ref: Solicitud de Patente de Invención

Solicitante: Odin Energy Santa Marta Corporan S.A

Inventor: Nercy Deyamira González Castellanos

Carlos Alberto Grateron Santos

Iván Alfonso Mercado Díaz

Título: Método de Determinación de Fame's en Biodiesel por Cromatografía de Gas.

Gaceta N° 614 página 590

Esta OPOSICIÓN es presentada por la Federación Nacional de Biocombustibles de Colombia, con domicilio en la Cr 7ª N° 32-29 oficina 2002 de la ciudad de Bogotá, teléfono 3422885, fax 3421552, e-mail colombia@fedebiocombustibles.com. El representante legal es Jorge Bendeck Olivella c.c. 3.309.883.

El fundamento en el cual se basa la oposición esta argumentada en la existencia de la norma ISO 5508: 1990 "**animal and vegetable fats and oils – analysis by gas chromatography of methyl esters of fatty acids**" cuya traducción es: ("grasas y aceites animales y vegetales – análisis por cromatología de gases de metil ester de ácidos grasos"), que, casualmente establece, el método de determinación del contenido en porcentaje másico de ester metílicos de ácidos grasos (FAME'S) presentes en Biodiesel por cromatografía de gas.

También en Colombia está vigente la norma técnica NTC 5013 cuyo título es "Grasas y aceites vegetales y animales. Análisis de los esteres metílicos de ácidos grasos por cromatografía"

Por estas razones consideramos que este método no es susceptible de ser patentado pues ya se tiene norma internacional y nacional, y además de este argumento encontramos también que las casas productoras de equipos de cromatografía de gases al comercializar los equipos también entregan sus recomendaciones sobre el método a seguir para la determinación de FAME'S en Biodiesel. A título de ejemplo nos permitimos adjuntar la metodología establecida por Perkin Elmer, inc de Estados Unidos en su método "FATTY Acid Methyl Esters in B100 Biodiesel by gas Chromatography (Modified EN 14103)". Este documento está en el idioma Ingles pues así lo distingue a nivel mundial esta compañía y quienes han adquirido estos equipos en Colombia lo reciben en esta forma.

El interés que tiene la Federación Nacional de Biocombustibles de Colombia en oponerse a la solicitud de patente de invención de este método esta también fundamentada en el hecho de que los productores actuales de Biodiesel en Colombia como son: Aceites Manuelita S.A, Oleoflores Ltda, Bio D S.A y Ecodiesel Colombia S.A, están utilizando este método en el análisis de Biodiesel por espacio de más de tres años ajustados a la norma NTC.

Así mismo, podemos encontrar otras marcas que, de igual manera, recomiendan sus respectivos métodos, todos ellos ajustados a la norma ISO 5508:1990.

El recibo de pago correspondiente es N° 4400569-5 de 18-06-2010

Atentamente,



JORGE BENDECK OLIVELLA
Presidente Ejecutivo

Fatty Acid Methyl Esters in B100 Biodiesel by Gas Chromatography (Modified EN 14103)

Introduction

The production and consumption of biofuels continues to increase as more attention is paid to the environment and the depletion of fossil-fuel resources. Biodiesel, a fuel from natural oils such as soybean oil, rapeseed oil or animal fats, is a substitute for petroleum-diesel fuel. The quality criteria for the production of biodiesel are specified in EN 14214.

Within EN 14214, method EN 14103 specifies the fatty acid methyl ester (FAME) and linolenic acid methyl ester content (Figure 1), which is used to profile the vegetable or animal oil feedstock used in biodiesel production. EN 14103 calls for calibration of all FAME components by relative response to a single compound, methyl heptadecanoate. This requires the measurement of accurate weights for each sample and the addition of an internal standard. The range of FAMEs for which the method is intended lies between C_{14:0} and C_{24:1}.

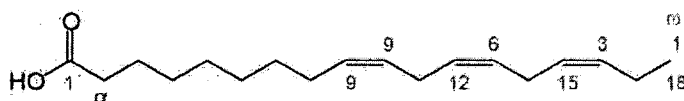


Figure 1. Linolenic acid.

This application note will discuss the analysis according to method EN 14103. In addition to the methodology specified in EN 14103, a simpler and more accurate method will be presented. The modified method uses commercially-available calibration and test mixtures for precise peak identification and quantitative accuracy, while streamlining the sample preparation and calculations. Reporting is based on area % of all components after the solvent – as a result, the sample weight does not impact the calculations.

Authors

Timothy Ruppel
Timon Huybrighs

PerkinElmer, Inc.
710 Bridgeport Avenue
Shelton, CT USA

Experimental

The FAME analysis is carried out with a split injection onto an analytical column with a polar stationary phase and an FID detector. The configuration used here is the PerkinElmer® Clarus® 600 Gas Chromatograph (GC), fitted with a capillary split/splitless injector and FID. It is very important to choose the appropriate liner; otherwise, the response, reproducibility and resolution of the analysis will be compromised. Fatty acid methyl esters are known to be active and thermally-labile components. Incorrect injection conditions and liner choice will result in a non-linear response; the late-eluting FAMES (longer carbon chains) show a lower response than the early-eluting FAMES. This problem is overcome by packing the inlet liner with glass wool, greatly improving uniformity and reproducibility over the boiling-point range. Deactivated liners (with wool) are available. The surface of the liner is deactivated to minimize bleed and to enhance the inertness of the liner.

The analytical column used in this work is the PerkinElmer Elite-Famewax column (Crossbond® polyethylene glycol), which demonstrates good resolution and peak shape (Figure 2). Table 1 provides an overview of all the instrument parameters.

Table 1. Instrument Parameters EN 14103.

Gas Chromatograph:	PerkinElmer Clarus 600 GC
Inlet Temperature:	250 °C
Column Flow:	1 mL/min
Split Flow:	50 mL/min
Injection Volume:	0.5 µL
Oven Program Initial Temp:	210 °C
Hold Time 1:	13.00 min
Ramp 1:	5 °C/min
Oven Program Final Temp:	230 °C
Hold Time 2:	15.00 min
Equilibration Time:	0.0 min
Column:	Elite-Famewax, 30 m x 320 µm x 0.25 µm film
Carrier Gas:	Helium
FID Temperature:	250 °C
H ₂ Flow:	45 mL/min
Air Flow:	450 mL/min
Range:	1
Attenuation:	-5

In order to determine the retention times of the fatty acid methyl esters, a FAME standard needs to be run. These are available commercially either separately or as a standard reference mixture. The analysis of a commercial FAME standard is shown in Figure 2.

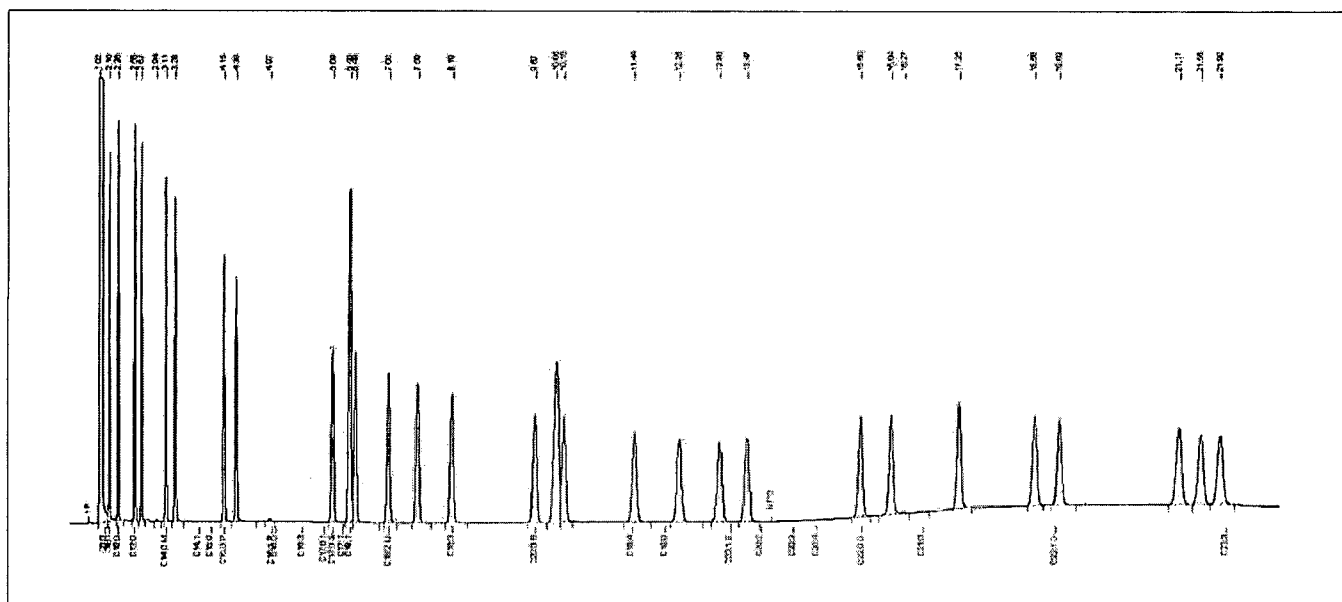


Figure 2. The analysis of a mixture of C_{14:0}-C_{24:1} FAMES.

The modified method of analysis uses a FAME mixture at known concentration and determines the response and retention time of each component experimentally. The reporting is then based on an area % rather than a mass %, simplifying the calculations. The calibration is verified by the analysis of a calibration-check standard – typically, this is commercial mix of FAMEs from a second source with a certificate of analysis. This standard would be analyzed after the calibration of the response. The results of the analysis are then compared with the certificate of analysis, verifying the quality of the calibration. The standard preparation for this technique consists of the dilution of the FAME standard into 4 mL of n-heptane. The sample preparation is also quite simple with 100 µL of biodiesel feedstock into 4 mL of n-heptane. In both cases, a 1-µL injection at a split of 50:1 is performed. The full instrument conditions are presented in Table 2.

Table 2. Modified Parameters for the Analysis of FAMEs in Biodiesel.

Gas Chromatograph:	PerkinElmer Clarus 600 GC
Inlet Temperature:	240 °C
Column Flow:	2 mL/min
Split Flow:	50 mL/min
Injection Volume:	1 µL
Oven Program Initial Temp:	195 °C
Hold Time 1:	0 min
Ramp 1:	5 °C/min
Oven Program Final Temp:	240 °C
Hold Time 2:	6 min
Column:	Carbowax 20 M, 30 m x 320 µm x 0.25 µm film
Carrier Gas:	Helium
FID Temperature:	240 °C
H ₂ Flow:	45 mL/min
Air Flow:	450 mL/min

Results

In EN 14103, the result for the fatty acid methyl ester content is expressed as a mass fraction in percent using methyl heptadecanoate (C₁₇) as the internal standard. Total FAME content should be greater than 90%. Linolenic acid (C_{18:3}) content should be greater than 1% and less than 15%. The following formula is used:

$$C = \frac{\Sigma A - A_{IS}}{A_{IS}} \times \frac{C_{IS} \times V_{IS}}{m} \times 100\%$$

Where:

ΣA = total peak area C_{14:0} – C_{24:1}

A_{IS} = internal standard (methyl heptadecanoate)
peak area

C_{IS} = concentration of the internal standard solution,
in mg/mL

V_{IS} = volume of the internal standard solution used, mL

m = mass of the sample, in mg

Linolenic acid methyl ester content is also expressed as a mass fraction in percent and methyl heptadecanoate (C₁₇) is used as the internal standard. The following formula applies:

$$L = \frac{A_L}{\Sigma A - A_{IS}} \times 100\%$$

Where:

ΣA = total peak area C_{14:0} – C_{24:1}

A_{IS} = internal standard (methyl heptadecanoate)
peak area

A_L = linolenic acid methyl ester peak area

The result of the mass fraction calculation is then used to calculate the sample's iodine value, which is the sum of the individual contributions of each methyl ester, obtained by multiplying the methyl ester percentage by its respective factor. The following formula applies:

$$\text{Iodine value} = X \text{ g iodine} / 100 \text{ g sample}$$

Table 3 (Page 4) shows an example calculation for the iodine factor.

Table 3. Iodine Factor Example.

Methyl Ester of Following Acids in Sample (as example)	Amount in % Mass	Iodine Factor	Contribution
Myristic C _{14:0}	0.3	0	0.00
Palmitic C _{16:0}	4.0	0	0.00
Palmitoleic C _{16:1}	1.1	0.950	1.05
Stearic C _{18:0}	2.0	0	0.00
Oleic C _{18:1}	60.5	0.860	52.03
Linoleic C _{18:2}	19.8	1.732	34.29
Linolenic C _{18:3}	9.4	2.616	24.59
Eicosanoic C _{20:0}	0.4	0	0.00
Eicosenoic C _{20:1}	0.7	0.785	0.55
Docosanoic C _{22:0}	0.7	0	0.00
Docosenoic C _{22:1}	1.1	0.723	0.80
Calculated Iodine Value			113.3

Conclusion

Method EN 14103 is used to determine the fatty acid methyl ester (FAME) between C_{14:0} and C_{24:1} and linolenic acid methyl ester content of oil feedstock used in biodiesel production. EN 14103 calls for calibration of all FAME components by relative response to a single compound – methyl heptadecanoate. This application note has demonstrated the analysis according to method EN 14103. Additional methodology presented a simple analysis using commercially-available calibration and test mixtures.

PerkinElmer, Inc.
940 Winter Street
Waltham, MA 02451 USA
Phone: (800) 762-4000 or
(+1) 203-925-4602
www.perkinelmer.com



For a complete listing of our global offices, visit www.perkinelmer.com/isooffices

©2008 PerkinElmer, Inc. All rights reserved. The PerkinElmer logo and design are registered trademarks of PerkinElmer, Inc. Clarus and PerkinElmer are registered trademarks of PerkinElmer, Inc. or its subsidiaries, in the United States and other countries. Crossbond is a registered trademark of Restek Corporation. All other trademarks not owned by PerkinElmer, Inc. or its subsidiaries that are depicted herein are the property of their respective owners. PerkinElmer reserves the right to change this document at any time without notice and disclaims liability for editorial, pictorial or typographical errors.

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-149589- -00002-0000

Fecha: 2010-06-21 12:24:51 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 400 OPOSIOBSERVTER Folios: 9

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 10 - 49,541
FECHA : JUNIO 21 DE 2010

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
BIODERIVATILES	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	44005695	18/06/2010	295,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-04	PRESENTACION DE OBSERVACIONES	
		12 MARCAS Y LEMAS COMERCIALES	295,000.00
		TOTAL :	\$ 295,000.00

SON: DOSCIENTOS NOVENTA Y CINCO MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____