

As. 100.489

Señor

**DIRECTOR DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO**

E.

S.

D.

REF: Expediente No. **06 017138-** solicitud de patente de invención a favor de **MARK CULLEN**. Título **TRATAMIENTO DE FRACCIONES DE PETROLEO CRUDO, COMBUSTIBLES FOSILES Y SUS PRODUCTOS**.

RESPUESTA A EXAMEN DE FONDO

JUAN PABLO CADENA SARMIENTO, portador de la tarjeta profesional No. 57.492 del C.S.J., obrando como apoderado de la sociedad solicitante me permito dar respuesta al oficio número 17076 relacionado con la patentabilidad de la presente invención y notificado por fijación en lista el 28 de octubre de 2011.

Con el ánimo de subsanar las objeciones planteadas por el señor Examinador, me permito presentar un nuevo pliego reivindicatorio de 1-9 reivindicaciones, en donde no se amplía en ningún momento la materia inicialmente divulgada y encuentra entero sustento en la descripción.

1. Claridad

En primer lugar, vale la pena resaltar que el nuevo pliego reivindicatorio ha limitado considerablemente el alcance de la invención y, siguiendo las sugerencias del señor Examinador, incluyen características del proceso que no habían sido divulgadas en el anterior pliego reivindicatorio.

Asimismo, se ha redactado nuevamente la etapa (a) de la reivindicación independiente 1, de tal manera que es suficientemente clara y no da lugar a diversas interpretaciones. Por otra parte se ha eliminado la frase "(...) *bajo condiciones que provocan la conversión* (...)", especificando al mismo tiempo las condiciones que causan el efecto de dicha conversión.

En cuanto a las objeciones por falta de sustento en la descripción, específicamente respecto a la ausencia de agua en el proceso reivindicado, nos permitimos remitir al señor Examinador al párrafo 2 de la página 14 de la descripción de la presente solicitud, donde se lee:

"El fluido acuoso que, en forma opcional, puede combinarse con el combustible fósil u otro material de partida orgánico líquido en los procesos de esta invención puede ser agua o cualquier solución acuosa. (...) En este aspecto, se contempla que el fluido acuoso pueda estar presente en cualquier punto desde alrededor de 0% a 99% en peso de las fases acuosa y orgánica combinadas (...)" (Subrayado fuera de texto)

En vista de las divulgaciones anteriormente señaladas resulta claro que el proceso reivindicado, en ausencia de agua, se encuentra debidamente sustentado en la descripción, razón por la cual consideramos subsanada las mencionadas objeciones.

Finalmente, estamos en desacuerdo con la objeción del señor Examinador referente a "el amplio número de alternativas al proceso" presentado en la descripción. Según el artículo 28 de la Decisión 486:

"La descripción deberá divulgar la invención de manera suficientemente clara y completa para su comprensión y para que una persona capacitada en la materia técnica correspondiente pueda ejecutarla"

Asimismo, dice el artículo 30 de la misma normativa:

"Las reivindicaciones definirán la materia que se desea proteger mediante la patente. Deben ser claras y concisas y estar enteramente sustentadas por la descripción".

Basados en lo anterior, el alcance de la invención está dado por las reivindicaciones, no por la descripción. De acuerdo con la normativa vigente, el solicitante ha divulgado en la descripción de manera suficientemente clara y completa las alternativas que el técnico versado en la materia tiene a su disposición al momento de elegir las condiciones que mejor se adapten a sus necesidades particulares. Por otra parte, las reivindicaciones buscan proteger la materia nueva e inventiva que fue divulgada en la descripción. Por estas razones, consideramos que no es necesario limitar la descripción, como fue sugerido por el señor Examinador.

2. Nivel Inventivo

Ahora en cuanto a las objeciones al nivel inventivo de la presente solicitud, en vista del documento US2003/0051988 (D1), es preciso mencionar que no existe indicación alguna en este documento que permita a un técnico versado en la materia desarrollar la presente invención.

Notamos que D1 específicamente requiere proporcionar un líquido acuoso para formar una emulsión formada por agua y una fracción de petróleo crudo. Es decir, la anterioridad no enseña o sugiere un proceso en donde se exponga una fracción de petróleo crudo a una energía sónica en ausencia de agua o cualquier solución acuosa añadida, como se reivindica en la presente solicitud. Por tal motivo, un técnico versado en la materia no esperaría que el proceso funcionara sin añadir agua y no estaría motivado a realizar la etapa (a) de la nueva reivindicación 1 de la presente solicitud.

Como segunda diferencia, que no puede ser extraída a partir del estado de la técnica, dirigimos la atención al proceso de D1, en donde en primer lugar se mezcla la fracción de crudo con agua, en una proporción de al menos 2 a 1, en algunos casos de 1 a 1, para formar una emulsión de agua/aceite. Posteriormente se calienta la emulsión, se adiciona un agente oxidante, se expone la emulsión a energía sónica, y finalmente se separa el azufre oxidado de la solución acuosa. A diferencia de la presente invención, la separación se hace por medio de una decantación, que usualmente requiere una cantidad considerable de tiempo para efectuar una buena separación. Vale la pena resaltar que D1 no menciona una separación por centrifugación, como se requiere en la presente invención.

Entonces, las diferencias entre la presente solicitud y D1 es la gran cantidad de agua que debe emplearse en el proceso de D1 y el método de separación específico de los compuestos que contienen azufre y nitrógeno (centrifugación) en la presente invención.

Ahora bien, el proceso de D1, al tratar una mezcla de dos partes (inclusive menos) de una fracción de crudo (por ejemplo diesel, como en la nueva reivindicación 1) con una parte de agua, presenta la desventaja de producir una emulsión acuosa que es difícil de separar.

Aun cuando la emulsión se separa, el proceso de D1 presenta otra dificultad: la fracción de crudo se desulfura y se vuelve apta para pasar a otros usos, pero los compuestos que contienen azufre están ahora en la fase acuosa (que vendría teniendo el mismo volumen que la fracción contaminada inicial) y tiene que tratarse antes de verter el agua contaminada.

La presente invención soluciona este problema al no adicionar agua a la fracción que se va a tratar (fracción de diesel). Al no añadir agua se evita la formación de la emulsión que contiene los compuestos oxidados de azufre. Para separar los compuestos oxidados de azufre es entonces necesario recurrir a la centrifugación, un método que no se divulga en D1. Este proceso ofrece varias ventajas sobre el proceso conocido en el estado de la técnica: en primer lugar, la fracción de petróleo crudo se separa en dos fases, de alta y baja densidad, a tal extremo que el inventor de la presente invención descubrió que aun cuando no se oxidaba el azufre, este se precipitaba en la fase de mayor densidad, logrando así una separación más efectiva. Como efectos secundarios, se ha descubierto que este tipo de separación rompe químicamente las resinas que puedan estar presentes en el crudo y es capaz de reducir el número de asfaltenos presentes en el combustible fósil a tratar, resultados que no podrían haber sido obtenidos con el proceso enseñado en D1. Ahora bien, un técnico versado en la materia no obtendría de manera obvia el proceso reivindicado, porque D1 enseña que no debería realizarse el paso (b) del proceso de la reivindicación 1: poner en contacto la fracción de crudo con hidrogeno gaseoso para producir la hidrodesulfuración. Concretamente, D1 menciona que no se requiere hidrógeno gaseosos, como tampoco que se requieran altas temperaturas y presiones que si se requieren para las hidrogenaciones en el arte previo (párrafo 11 de D1) y también enseña que el tratamiento por ultrasonido disminuye el azufre y el nitrógeno en adición a las disminuciones en estos elementos que se alcanzan por la hidrodesulfuración (párrafo 59 de D1). En este sentido, la anterioridad D1 sugiere al técnico versado en la materia no utilizar la hidrogenación por las altas temperaturas y presiones requeridas, y que el tratamiento por ultrasonido es una alternativa preferible para el tratamiento. Es así como el estado de la técnica aleja al técnico versado en la materia del proceso reivindicado.

En conclusión, el proceso reivindicado permite la desulfuración de la fracción de diesel de forma ambientalmente aceptable, puesto que la remoción de los compuestos oxidados que contienen azufre de una fracción de diesel más pequeña (como en la presente invención) es mucho más sencilla que la remoción de compuestos oxidados de azufre de una solución acuosa, como es necesario en D1. Por otra parte, la concentración de los compuestos oxidados de azufre en el método de D1 es muy baja y el volumen de agua que debe ser tratado antes de ser desechado es igual al volumen de la fracción de crudo tratada. No obstante lo anterior y con el fin de demostrar los resultados sorprendentes y las ventajas anteriormente mencionadas obtenidas con la presente invención, adjuntamos los resultados de ensayos realizados con el proceso reivindicado, que demuestran las contribuciones que el proceso reivindicado ofrece al estado de la técnica. También adjuntamos una copia de la declaración firmada por el inventor de la presente solicitud, en la cual se explican dichas ventajas sobre el estado de la técnica.

En resumen, la primera tabla (anexo 1) ofrece información concerniente a los resultados obtenidos al tratar una fracción de aceite diesel contaminada con 232 ppm en peso de azufre con el método reivindicado. El contenido de azufre después del tratamiento con energía sónica e hidrosulfuración fue inferior a 13 ppm en peso en todos los ensayos, lo que representa una desulfuración de entre 94 y 97% con el proceso reivindicado. Para poner estos resultados en perspectiva, el porcentaje de desulfuración alcanzado después de una simple desulfuración con energía sónica es de 0 a 23%.

La segunda tabla (anexo 2) muestra ensayos realizados con una fracción de crudo más contaminada, de 1195 ppm en peso de azufre. En este caso, el contenido de azufre después de tratar el proceso fue siempre inferior a 200 ppm en peso, lo que representa una desulfuración total de entre 84 y 92%.

Ahora bien, con fines comparativos, en el ejemplo 4 de D1, el contenido de azufre era de 7073 ppmw antes de la desulfurización y se redujo a 80ppmw mediante la combinación de energía sónica y desulfurización. Por su parte, en el anexo 2 adjunto, se puede ver que el contenido de azufre era de 1195 ppmw y al combinar energía sónica y hidrosulfuración este se redujo a 98.6 ppmw. Entonces, a partir de una relación de azufre de 7093:1195 ppmw se obtuvo una disminución a 80:98.6 ppmw o casi 1:1 después de combinar energía sónica e hidrosulfuración utilizando una tasa de circulación de hidrógeno de 1,000:30 SCF/bbl.

A partir de lo anterior se puede observar que si bien el proceso de D1 requirió una cantidad de hidrógeno 30 veces mayor para tratar el gas de petróleo con contenido de azufre 6 veces más grande, la cantidad de azufre presente al final de proceso fue prácticamente la misma obtenida con el proceso acá reivindicado lo que significa que se requirió una cantidad 5 veces mayor de consumo de hidrógeno en D1 en comparación a la presente invención.

Finalmente, las últimas tres tablas (anexos 3.1, 3.2 y 3.3) muestran una comparación entre los costos de una hidrosulfuración realizada con las temperaturas y presiones altas, como las que se conocían en el estado de la técnica, y los costos de una hidrosulfuración realizada con el método reivindicado. Los resultados demuestran que el costo por barril se disminuye en alrededor de un cuarto al usar el método reivindicado. Dicha disminución en costos se obtiene principalmente gracias a una cantidad de hidrogeno inferior en el proceso reivindicado, alrededor de 7 a 1 cuando se compara con el estado de la técnica.

En conclusión, no es posible obtener todas las características esenciales del proceso de la reivindicación 1 a partir del estado de la técnica, y además las enseñanzas de D1 tienden a alejar a la persona versada en la materia de la presente invención. Por otra parte, se ha demostrado que el tratamiento de una fracción de diesel con el proceso reivindicado presenta ventajas y resultados inesperados que constituyen importantes contribuciones al estado de la técnica. Por tanto, se ha demostrado que la presente invención cumple satisfactoriamente con el requisito de nivel inventivo.

En vista de lo anteriormente expuesto, respetuosamente solicitamos el retiro de las objeciones de la presente solicitud y la concesión del privilegio solicitado, ya que en opinión del solicitante cumple con todos los requisitos establecidos en la decisión 486.

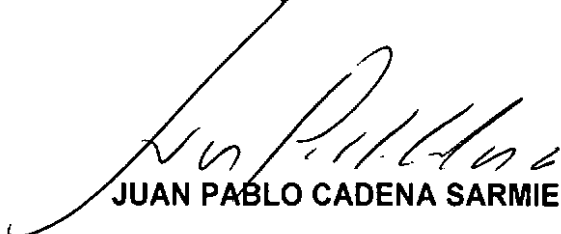
Anexos

Nuevo pliego reivindicatorio.

Resultados obtenidos al utilizar el proceso de la invención

Declaración de Mark Cullen (inventor) explicando los resultados obtenidos

Atentamente,



JUAN PABLO CADENA SARMIENTO

T.P. No. 57.492 del C.SJ.

C.C. 80.410.337 de Usaquén

Calle 70 A No. 4 - 41

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para el tratamiento de una fracción de aceite diesel para reducir los niveles en el mismo de los compuestos que contienen azufre y de los compuestos que contienen nitrógeno, dicho proceso caracterizado porque comprende las etapas de:
 - a. proporcionar dicha fracción de aceite diesel sin combinar con agua y pre-calentar dicha fracción de 70° a 100°C;
 - b. mezclar un hidroperóxido con dicha fracción de aceite diesel para formar una primera mezcla y calentar dicha mezcla, dicha mezcla siendo suficientemente calentada como para oxidar la mayoría de dichos compuestos que contienen azufre y una mayoría de dichos compuestos que contienen nitrógeno presentes en dicha fracción de aceite diesel, y exponer dicha mezcla a energía sónica;
 - c. separar dichos compuestos oxidados que contienen azufre producidos en la etapa (b) y separar dichos compuestos oxidados que contienen nitrógeno producidos en la etapa (b) de dicha fracción de aceite diesel, en donde dichos compuestos oxidados que contienen azufre se separan por medio de centrifugación; y
 - d. poner en contacto dichos compuestos oxidados que contienen azufre y dichos compuestos oxidados que contienen nitrógeno de la etapa (c) con hidrógeno gaseoso.
2. El proceso de la reivindicación 1, en donde la energía sónica tiene una frecuencia que va desde 2 kHz hasta 100 kHz, y tiene una amplitud de desplazamiento que va desde 10 µm hasta 300 µm.
3. El proceso de la reivindicación 1, en donde dicha fracción de aceite diesel es un miembro seleccionado del grupo conformado por diesel de destilación directa y mezclas de diesel de destilación directa y aceite de ciclo liviano FCC.
4. El proceso de la reivindicación 1, en donde en la etapa (a) dicha fracción de diesel es expuesta a la energía sónica desde 1 segundo hasta 1 minuto.
5. El proceso de la reivindicación 1 que además comprende poner en contacto dicha mezcla con un catalizador de metal de transición durante la etapa (a); preferiblemente dicho catalizador de metal de transición es un miembro seleccionado del grupo conformado por metales que tienen números atómicos de 21 hasta 29, 39 hasta 47, y 57 hasta 79; más preferiblemente níquel, plata, tungsteno, cobalto, molibdeno y combinaciones de los mismos; los más preferidos siendo níquel, plata, tungsteno y combinaciones de los mismos.

6. El proceso de la reivindicación 1, en donde la etapa (a) se lleva a cabo a una presión inferior a 2 756 040 Pa, preferiblemente a una presión inferior a 344 505 Pa, más preferiblemente dentro de un rango de entre presión atmosférica hasta 344 505 Pa.
7. El proceso de la reivindicación 1, en donde la energía sónica tiene una frecuencia que va de 10 kHz hasta 19 kHz, preferiblemente desde 17 kHz hasta 19 kHz.
8. El proceso de la reivindicación 1, en donde la amplitud de desplazamiento varía entre 30 μm hasta 120 μm , preferiblemente desde 36 μm hasta 60 μm .
9. El proceso de la reivindicación 1, en donde la energía sónica se aplica a una densidad de potencia de desde 0,01 Watts/cm³ hasta 100,00 Watts/cm³, preferiblemente desde 1 Watts/cm³ hasta 20,00 Watts/cm³.

Appendix II

ANEXO 1

ANEXO 2

SUMMARY of RUN CONDITIONS and ANALYSES						
DIESEL TESTS						
Run No. (SMF)	24	25	26	38	39	40
Run No.	1	2	3			
Date	09.01.2003	09.01.2003	09.01.2003	24.01.2003	24.01.2003	24.01.2003
Feed Total S	232	232	232	232	232	232
Diesel, ml @ ~200F	50	50	50	50	50	50
Diesel, ml Adjusted to 60F	45	45	46	47	47	47
Water, ml	3	2	4	2	2	2
H ₂ O ₂ (@30 wt%), ml	11.0	10.8	10.5	10	10	10
Oil / (Water + H ₂ O ₂)	3.57	3.91	3.45	4.17	4.17	4.17
TetraOctylAmmoniumBr, gr	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
TetraButylAmmoniumBr, gr						
Phosphotungstic Acid, grams	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11
Glacial Acetic Acid, ml						
Oil / Acetic Acid	NA	NA	NA	NA	NA	NA
Preheat Temp, °F	165	160	160	180	180	180
Final Temp, °F					178	182
Amplitude, %	80%	75%	70%	90%	85%	80%
US time, sec	80	60	60	60	60	60
Probe Height from btm, ml	35	35	35	35	35	35
Power, watts	67.5	64	56	65	59	60
Total US Energy, J				4024	3830	3795
Average Power, watts				67	64	63
kwh/bbl	3.974	3.768	3.225	3.790	3.607	3.574
Watts/%Amplitude	0.84	0.85	0.80	0.75	0.75	0.79
First Water Wash, ml	100	100	100	50	50	50
Salt added to break emulsion				no	no	no
Second Water Wash, ml	100	100	100	0	0	0
Oil ppmw Total S after WW	202.4	179.3	187.3	231	235	248
Percent Desulfurization	13%	23%	19%	0%	-1%	-7%
Oil ppmw Thiophene after WW	17	56	70	11	16	18
% Thiophene Reduction	92%	73%	66%	95%	92%	91%
1st ACN Extraction, ACN ml	50	25	50	43	43	43
1st ACN Extraction, ppmw S	13	37	44	37	35	31
Percent Desulfurization	95%	84%	81%	84%	85%	87%
Ratio of S reduction	18.3	6.2	5.2	6.4	6.6	7.6
Oil ppmw Thiophene after extr	13	34	41	13	16	13
% Thiophene Desulfurization	95%	85%	82%	95%	93%	94%
2nd ACN Extraction, ACN ml	50	25	50	50	40	35
2nd ACN Extraction, ppmw S	7	7	13	10	13	12
Percent Desulfurization	97%	97%	94%	96%	94%	95%
Ratio of S reduction	1.8	5.0	3.4	3.5	2.7	2.6
Oil ppmw Thiophene after extr	7	7	13	9	12	11
% Thiophene Desulfurization	97%	97%	94%	96%	95%	95%
WWash after extraction, ml	100	100	100	0	0	0
Diesel prod, ppmw S	7	7	13	10	13	12
Percent Desulfurization	87%	87%	94%	96%	94%	95%
Calibration Tests on Water	water	water	water	water	water	water
Amplitude	90%	80%	70%	90%	85%	80%
Recorded Power, watts	80	69.5	55	88	78	70%
Calc Power, watts				86	80	68
Watts/%Amplitude	0.89	0.87	0.79	0.96	0.94	0.86
Notes:						
	sampling caused high solvent/oil ratio	sampling caused high solvent/oil ratio	sampling caused high solvent/oil ratio	S balance run	S balance run	S balance run
	Boiled H ₂ O ₂ extensively	Boiled H ₂ O ₂ moderately	Boiled H ₂ O ₂ less			

ANEXO 2

Anexo 2

SUMMARY of RUN CONDITIONS and ANALYSES					
GAS OIL TESTS					
Run No.	44	45	46	48	49
Date	20.02.2003	20.02.2003	20.02.2003	21.02.2003	21.02.2003
Feed Total S	1195	1195	1195	1195	1195
Gas Oil, ml @ ~180F	50	50	50	50	50
Gas oil, ml Adjusted to 60F	50	50	50	50	50
Water, ml	2	2	2	2	2
H ₂ O ₂ (@30 wt%), ml	10	10	10	10	10
Oil / (Water + H ₂ O ₂)	4,17	4,17	4,17	4,17	4,17
TetraOctylAmmoniumBr, gr	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
TetraButylAmmoniumBr, gr					
Phosphotungstic Acid, grams	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Glacial Acetic Acid, ml					
Oil / Acetic Acid	NA	NA	NA	NA	NA
Preheat Temp, °F	180	180	180	180	180
Final Temp, °F	184	190	194		186
Amplitude, %	80%	85%	90%	85%	90%
US time, sec	60	60	60	60	60
Probe Height from btm, ml	35	35	35	35	35
Power, watts	77	84	88	88	80
Total US Energy, J	4515	4981	5285	5320	4905
Average Power, watts	75	83	88	89	82
kwh/bbl	3,987	4,399	4,668	4,698	4,332
Watts/%Amplitude	0,96	0,99	0,98	1,04	0,89
First Water Wash, ml	50	50	50	50	50
Salt added to break emulsion	no	no	no	no	no
Second Water Wash, ml	50	50	50	50	50
Oil ppmw Total S after WW	1175,4	1023,8		1336,4	1031,2
Percent Desulfurization	2%	14%		-12%	14%
Oil ppmw Thiophene after WW	7,3	17,8		20,4	21,8
% Thiophene Reduction	97%	92%		91%	90%
ACN Extraction, ACN ml	37	37,8	40	38	36
ACN Extraction, ppmw S	114,3				
Percent Desulfurization	90%	100%	100%	100%	100%
Ratio of S reduction	10,5	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
Oil ppmw Thiophene after extr	0				
% Thiophene Desulfurization	100%				
WWash after extraction, ml	30	31	35	30	29
Gas Oil prod, ppmw S	190,2	98,6	186,4	114,2	166,2
Percent Desulfurization	84%	92%	84%	90%	86%
Gas Oil prod ppmw Thiophene	8,2	10,6	25,0	26,0	31,4
% Thiophene Reduction	96%	95%	88%	88%	86%
Calibration Tests on Water	water	water	water		
Amplitude	80%	85%	90%		
Recorded Power, watts	72,0	76,0	84,0		
Calc Power, watts	71,0	73,0	80,0		
Watts/%Amplitude	0,89	0,86	0,89		
Notes:	Lots of solids formed	Lots of solids formed	Lots of solids formed	Lots of solids formed	Lots of solids formed

Answer 3,1

	Traditional HDS \$/BBL	Petrosonics HDS \$/BBL
Fuel gas costs	0,35	0,35
Electricity	0,2	0,01
Hydrogen	0,84	0,13
catalyst	0,10	0,10
Capital	2,30	0,50
Operating & Maintenance	1,00	0,30
Total	4,79	1,39

3.2

Hydrotreating units
Sulfur removal Costs

	Fuel price \$/mmbtu	Btu/bbl	H2 SCF/bbl	\$/bbl
Fuel	5	70000		0,35
Electricity				0,2
Hydrogen	3,35		200	0,67
Fuel for H2	5			0,17
Catalyst costs				0,10
Total variable costs				1,49
Capital				
HDS units				1,50
Hydrogen plants				0,80
Oper/maint				1,00
Total Fixed costs				3,30
Total \$/BBL				4,79

A 3.3

Petrosonics
Splitter Option
Sulfur Removal Costs

	Fuel price \$/mmbtu	Btu/bbl	H2 SCF/bbl	\$/bbl
Fuel	5	70000		0,35
Electricity				0,01
Hydrogen	3,35		30	0,1005
Fuel for H2	5			0,03
Catalyst costs				0,10
Total variable costs				0,59
Capital HDS units				0,50
Hydrogen plants				0,00
Oper/maint			~	0,30
Total Fixed costs				0,80
Total \$/BBL				1,39

Appendix III

Application No.: 10/429,369
 132 Declaration In Response to the Office Action of November 1, 2007
 Attorney Docket: CULLN-002B

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicants:	Mark Cullen	)	Confirmation No.: 1760
		)	
Serial No.:	10/429,369	)	Art Unit: 1764
		)	
Filed:	MAY 5, 2003	)	Examiner: Tam M Nguyen
		)	
For:	PROCESS FOR GENERATING & REMOVING SULFOXIDES FROM FOSSIL FUEL	)	

DECLARATION UNDER 37 C.F.R. 1.132

1. I, Mark Thomas Cullen, have a degree in medicine (M.D.) with clinical training from Yale University, where I served as a Post-Doctoral Fellow, Resident and Fellow. I have founded and served as the Director of several top-ranked maternal and pre-natal medical programs. Additionally, I have been involved in the development ultrasound methods and applications for both medical and industrial uses for over 20 years. I have co-founded and served as both CEO and Managing Director for companies developing technologies for the treatment and processing of crude oils, and am a patent holder in this technology area. I am the sole inventor of U.S. Patent Application Serial No. 10/429,369.

2. I have fully read and understood the specification and pending claims of the instant application (U.S. Patent Application Serial No. 10/429,369), as well as the Non-Final Office Action mailed on November 1, 2007, and the three references cited therein, namely Sorgenti (U.S. Patent No. 3,816,301), Gunnernman (U.S. Patent No. 6,500,219) and Yen (U.S. Patent No. 6,402,939).

3. Claim 19 is directed to a process for facilitating the removal of sulfur compounds from a liquid fossil fuel by, *inter alia*, "a) providing a liquid fossil fuel having a sulfur

Application No.: 10/429,369
 132 Declaration In Response to the Office Action of November 1, 2007
 Attorney Docket: CULLN-002B

content of 500 ppm or greater; b) combining said fossil fuel with a peracid to form an admixture and subjecting said admixture to ultrasound; and c) hydrotreating said liquid fossil fuel treated in step b)". Thus, the claim is directed to a method involving a step of applying ultrasound to a liquid fossil fuel and peracid, which at least partially oxidizes sulfur-containing compounds in the fuel, followed by a step in which the liquid fossil fuel is hydrotreated, thereby reducing the overall sulfur content in the fuel.

4. I respectfully disagree with the Examiner's assertion that the invention as recited in Claim 19 is "obvious" over the teachings of Sorgenti in view of either Gunnerman or Yen.
5. Sorgenti in particular describes an obsolete and substantially commercially non-viable method for the desulfurization of hydrocarbons. The method of Sorgenti involves oxidizing a portion of sulfur-containing hydrocarbon material with an oxidant in the presence of certain catalysts, such as molybdenum-containing catalysts, followed by a sulfur reducing step performed under relatively high pressure and high temperature (*see* Abstract and column 6, line 45 through column 7, line 40 of Sorgenti). However, this method does not provide reductions in sulfur levels that are suitable for commercial applications without incurring excessive costs that are unacceptable for the industrial processing of hydrocarbon fuels. That the method of Sorgenti is substantially commercially non-viable is evidenced by the fact that even though the patent to Sorgenti was issued over thirty years ago, on June 11, 1974, the Examiner has found no other reference referring to or otherwise indicating public use of the method over this extensive period.
6. Gunnerman and Yen are referred to in the instant application as teaching methods of oxidative desulfurization of fossil fuels with ultrasound, (*see* paragraph [0008] of the instant specification.) It should be noted that Gunnerman and Yen, issued on

Application No.: 10/429,369
 132 Declaration In Response to the Office Action of November 1, 2007
 Attorney Docket: CULLN-002B

December 31, 2002 and June 11, 2002, respectively, also do not refer to the two-step method of Sorgenti as being the state of the art for the treatment of fuels. Rather Gunnerman and Yen are focused on the problems with current commercial hydrodesulfurization processes in particular, and to that end propose ultrasound-assisted oxidation of fuels as a desirable alternative to the prior costly and even hazardous hydrodesulfurization methods (*see, e.g.*, column 1, line 63 through column 2, line 40 of Yen, and column 1, lines 55 through column 2, line 25 of Gunnerman.)

7. What Gunnerman and Yen did not previously realize, and what I have unexpectedly discovered, was that the application of ultrasound to a sulfur-compound containing fossil fuel results in the generation of a treated fuel product having improved characteristics that lends itself more readily to subsequent hydrotreating processes. Thus, in a result that was unexpected by the prior art, the instant method allows for safe desulfurization of fuels without excessive or burdensome costs, rendering the method suitable for commercial application in the treatment of hydrocarbon fuels.
8. Tables 1-3 attached in Appendix A provide evidence of the unexpectedly good treatment results obtained by methods corresponding to the instant invention, as compared to prior processes. As can be seen in Table I of Appendix A, the cost in \$/BBL of providing de-sulfurized fuel meeting commercial standards using a traditional HDS process (hydrodesulfurization process) is 4.79 \$/BBL, as compared to a cost of 1.39\$/BBL for the Petrosonics HDS process (hydrodesulfurization process performed according to the claimed method.) Thus, the cost of desulfurizing fuel according to traditional methods is *almost 3.5 times* the amount required to adequately desulfurize the same fuel with the instant inventive process.
9. Referring to Tables II-II of Appendix A, it can be seen that the unexpected decrease in cost that is observed for the instantly claimed method is due at least in part to reduced electricity and hydrogen flow requirements of the instant method. Whereas

Application No.: 10/429,369

132 Declaration In Response to the Office Action of November 1, 2007

Attorney Docket: CULLN-002B

traditional processes require 0.2 \$/BBL of electricity and 200 SCF/BBL of hydrogen (0.67\$/BBL), the Petrosonics inventive process requires only a fraction of the electricity cost (0.01 ~ 1/20th of the cost), and only 30 SCF/BBL of hydrogen (0.1005 \$/BBL), which is less than 1/6th of the amount required for the traditional processes, to de-sulfurize the same quantity of fuel to the substantially the same extent. Accordingly, the method of the instant claims provides substantial and unexpected improvements over prior processes and brings hydrodesulfurization methods into realm of commercially feasible and desirable fuel desulfurization techniques.

10. Without being limited by any one particular theory, I believe that these unexpected results are due at least in part to the unexpectedly improved chemical content of the ultrasound oxidation product, which renders it more readily treatable by subsequent hydrodesulfurization as compared to prior processes. As described in the instant application, the oxidation of sulfur-containing compounds in a fuel results in the formation of various different oxidized products having varying states of oxidation, such as different hydrocarbon-containing compounds of varying chain length and/or chemical formula and having one or more of sulfoxide and sulfone functional groups (*see, e.g.*, Abstract of instant application.) While the exact chemical identities and relative amounts of the oxidized products obtained by the instant method are not precisely known, it appears that the oxidized product achieved by ultrasound application contains a greater fraction of those compounds that are more readily treatable by hydrodesulfurization as compared to prior methods. As such, the hydrotreating step of the instant method does not require the extreme temperatures and high pressures that were required in previous methods, which improvement is reflected in the reduced electricity requirement of the instant method as shown in Appendix A, and also does not require as high of quantities of hydrogen to reduce sulfur levels to commercially acceptable amounts. In fact, over the long term, the instant method is estimated to provide a 70% savings in hydrogen use over prior methods. The ability to provide a product that is more readily treatable by

Application No.: 10/429,369
132 Declaration In Response to the Office Action of November 1, 2007
Attorney Docket: CULLN-002B

hydrodesulfurization was not recognized by Gunnerman and Yen, and Sorgenti also does not teach or suggest any connection between a type or distribution of oxidized products in a fuel, and the success in subsequent hydrotreatment of the fuel.

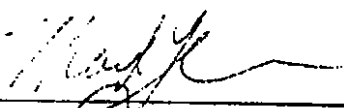
11. Further evidence of the unexpectedly good results in fuel de-sulfurization obtained with the instantly claimed method is shown in Appendix B. As described in the instant application, a goal of commercial de-sulfurization is to achieve fuels having a sulfur content of less than 15 ppmw (*see, e.g.*, paragraph [0007] of the instant application and currently pending claim 19). Appendix B shows results for processes performed according to the instantly claimed method that resulted in desirably sulfur levels, including levels of less than 15 ppmw, which levels have been previously difficult to achieve without incurring excessive operating costs of prior art methods. Page 1 of Appendix B shows results for tests of a diesel feed having an initial 232 ppmw sulfur content. The sulfur content measured after ultrasound application and hydrotreatment was less than 13 ppmw, well within the desired range, with a total desulfurization of between 94 and 97%. It should furthermore be noted that the percent desulfurization after application of ultrasound but prior to hydrotreatment was only between 0 and 23%. Page 2 of Appendix B shows results for tests of gas oil feed having an initial 1195 ppmw sulfur content. The sulfur content measured after ultrasound application and hydrotreatment was less than 200 ppmw, a good reduction for this type of high-sulfur oil, with a total desulfurization of between 84 and 92%. Thus, Appendix B shows that the method as claimed is capable of providing unexpectedly good results in the de-sulfurization of hydrocarbon fuels, rendering previously commercially unacceptable fuels into fuels having sufficiently low levels of sulfur to make them suitable for sale on the market.
12. I hereby declare that all statements made herein are of my own knowledge, are true, and that all statements made under information and belief are believed to be true; and further, that these statements were made with the knowledge that willful false

Application No.: 10/429,369
132 Declaration In Response to the Office Action of November 1, 2007
Attorney Docket: CULLN-002B

statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment or both under Section 1001 of Title XVIII of the United States Code, and that such willful false statements may jeopardize the validity of the application or any patent resulting therefrom.

Respectfully submitted,

Date: 3-14-08



Mark Cullen

AMC/MAN/lj

T:\Client Documents\CULLN\002b\132DeclarationwOAR11.01.2007.doc

Appendix A

Table I

	Traditional HDS \$/BBL	Petrosonics HDS \$/BBL
Fuel gas costs	0.35	0.35
Electricity	0.2	0.01
Hydrogen	0.84	0.13
catalyst	0.10	0.10
Capital	2.30	0.50
Operating & Maintenance	1.00	0.30
Total	4.79	1.39

Appendix A

Hydrotreating units
Sulfur removal Costs

Table II

	Fuel price \$/mmBtu	BTU/bbl	H2 SCF/bbl	\$/bbl
Fuel	5	70000		0.35
Electricity				0.2
Hydrogen	3.35		200	0.67
Fuel for H2	5			0.17
Catalyst costs				0.10
Total variable costs				1.49
Capital				
HDS units				1.50
Hydrogen plants				0.80
Oper/maint				1.00
Total Fixed costs				3.30
Total \$/BBL				4.79

Petrosonics
Splitter Option
Sulfur Removal Costs

Table III

	Fuel price \$/mmbtu	Btu/bbl	H2 SCF/bbl	\$/bbl
Fuel	5	70000		0.35
Electricity				0.01
Hydrogen	3.35		30	0.1005
Fuel for H2	5			0.03
Catalyst costs				0.10
Total variable costs				0.59
Capital				
HDS units				0.50
Hydrogen plants				0.00
Oper/maint				0.30
Total Fixed costs				0.80
Total \$/BBL				1.39

Appendix B

SUMMARY of RUN CONDITIONS and ANALYSES DIESEL TESTS						
Run No. (SMF)	24	25	26	38	39	40
Run No.	1	2	3			
Date	09.01.2003	09.01.2003	09.01.2003	24.01.2003	24.01.2003	24.01.2003
Feed Total S	232	232	232	232	232	232
Diesel, ml @ -200F	50	50	50	50	50	50
Diesel, ml Adjusted to 60F	45	45	46	47	47	47
Water, ml	3	2	4	2	2	2
H ₂ O ₂ (@30 wt%), ml	11.0	10.8	10.5	10	10	10
Oil / (Water + H ₂ O ₂)	3.57	3.91	3.45	4.17	4.17	4.17
TetraOctylAmmoniumBr. gr	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
TetraButylAmmoniumBr. gr						
Phosphotungstic Acid, grams	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11
Glacial Acetic Acid, ml						
Oil / Acetic Acid	NA	NA	NA	NA	NA	NA
Preheat Temp, °F	165	160	160	180	180	180
Final Temp, °F					178	182
Amplitude, %	80%	75%	70%	90%	85%	80%
US time, sec	60	60	60	60	60	60
Probe Height from botm, ml	35	35	35	35	35	35
Power, watts	67.5	64	56	65	59	60
Total US Energy, J				4024	3830	3795
Average Power, watts				67	64	63
kw/boil	3.874	3.768	3.225	3.790	3.607	3.574
Watts/%Amplitude	0.84	0.85	0.80	0.75	0.75	0.79
First Water Wash, ml	100	100	100	50	50	50
Salt added to break emulsion				no	no	no
Second Water Wash, ml	100	100	100	0	0	0
Oil ppmw Total S after WW	202.4	179.3	187.3	231	235	248
Percent Desulfurization	13%	23%	19%	0%	-1%	-7%
Oil ppmw Thiophene after WW	17	56	70	11	18	18
% Thiophene Reduction	92%	73%	66%	95%	92%	91%
1st ACN Extraction, ACN ml	50	25	50	43	43	43
1st ACN Extraction, ppmw S	13	37	44	37	39	31
Percent Desulfurization	95%	84%	81%	84%	85%	87%
Ratio of S reduction	18.3	6.2	5.2	6.4	6.6	7.6
Oil ppmw Thiophene after extr	13	34	41	13	18	13
% Thiophene Desulfurization	95%	85%	82%	95%	93%	94%
2nd ACN Extraction, ACN ml	50	25	50	50	40	35
2nd ACN Extraction, ppmw S	7	7	13	10	13	12
Percent Desulfurization	97%	97%	94%	96%	94%	95%
Ratio of S reduction	1.8	5.0	3.4	3.5	2.7	2.6
Oil ppmw Thiophene after extr	7	7	13	9	12	11
% Thiophene Desulfurization	97%	97%	94%	96%	95%	95%
WWash after extraction, ml	100	100	100	0	0	0
Diesel prod, ppmw S	7	7	13	10	13	12
Percent Desulfurization	97%	97%	94%	96%	94%	95%
Calibration Tests on Water	water	water	water	water	water	water
Amplitude	80%	80%	70%	90%	85%	80%
Recorded Power, watts	80	69.5	55	88	78	70%
Calc Power, watts				86	80	69
Watts/%Amplitude	0.89	0.87	0.79	0.96	0.94	0.88
Notes:						
	sampling caused high solvent/oil ratio	sampling caused high solvent/oil ratio	sampling caused high solvent/oil ratio	S balance run	S balance run	S balance run
	Boiled H ₂ O ₂ extensively	Boiled H ₂ O ₂ moderately	Boiled H ₂ O ₂ less			

Appendix B

SUMMARY of RUN CONDITIONS and ANALYSES					
GAS OIL TESTS					
Run No.	44	45	46	48	49
Date	20.02.2003	20.02.2003	20.02.2003	21.02.2003	21.02.2003
Feed Total S	1195	1195	1195	1195	1195
Gas Oil, ml @ -180F	50	50	50	50	50
Gas oil, ml Adjusted to 60F	50	50	50	50	50
Water, ml	2	2	2	2	2
H ₂ O ₂ (@30 wt%), ml	10	10	10	10	10
Oil / (Water + H ₂ O ₂)	4,17	4,17	4,17	4,17	4,17
TetraOctylAmmoniumBr, gr	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
TetraButylAmmoniumBr, gr					
Phosphotungstic Acid, grams	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
Glacial Acetic Acid, ml					
Oil / Acetic Acid	NA	NA	NA	NA	NA
Preheat Temp, °F	180	180	180	180	180
Final Temp, °F	184	190	194		186
Amplitude, %	80%	85%	90%	85%	90%
US time, sec	60	60	60	60	60
Probe Height from btm, ml	35	35	35	35	35
Power, watts	77	84	88	88	80
Total US Energy, J	4515	4981	5285	5320	4905
Average Power, watts	75	83	88	89	82
kwh/bbl	3,987	4,399	4,668	4,698	4,332
Watts/%Amplitude	0,96	0,99	0,98	1,04	0,89
First Water Wash, ml	50	50	50	50	50
Salt added to break emulsion	no	no	no	no	no
Second Water Wash, ml	50	50	50	50	50
Oil ppmw Total S after WW	1175,4	1023,8		1336,4	1031,2
Percent Desulfurization	2%	14%		-12%	14%
Oil ppmw Thiophene after WW	7,3	17,8		20,4	21,8
% Thiophene Reduction	97%	92%		91%	90%
ACN Extraction, ACN ml	37	37,8	40	38	36
ACN Extraction, ppmw S	114,3				
Percent Desulfurization	90%	100%	100%	100%	100%
Ratio of S reduction	10,5	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!	#DIV/0!
Oil ppmw Thiophene after extr	0				
% Thiophene Desulfurization	100%				
WWash after extraction, ml	30	31	35	30	29
Gas Oil prod, ppmw S	190,2	98,6	186,4	114,2	166,2
Percent Desulfurization	84%	92%	84%	90%	86%
Gas Oil prod ppmw Thiophene	8,2	10,6	25,0	26,0	31,4
% Thiophene Reduction	96%	95%	88%	88%	86%
Calibration Tests on Water	water	water	water		
Amplitude	80%	85%	90%		
Recorded Power, watts	72,0	76,0	84,0		
Calc Power, watts	71,0	73,0	80,0		
Watts/%Amplitude	0,89	0,86	0,89		
Notes:	Lots of solids formed	Lots of solids formed	Lots of solids formed	Lots of solids formed	Lots of solids formed