



UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

OFICINA JURÍDICA NACIONAL

OJF- 3 6 3

Bogotá D.C., 22 de octubre de 2012

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 08-091695- -00008-0000

Fecha: 2012-10-23 15:16:02 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act. 523 RESPUESTA Folios: 5

Señores
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Delegatura de Propiedad Industrial

Atn: JOSÉ LUIS SALAZAR LÓPEZ

Director Nuevas Creaciones

Bogotá

REFERENCIA: Solicitud de Patente de Invención CO 08-91695. Respuesta al Oficio 13044 del 26 de julio de 2012 – Artículo 45 de la Decisión 486 CCA.

En respuesta al Oficio 13044 del 26 de julio de 2012 que comunica el resultado del examen de fondo realizado por la Superintendencia de Industria y Comercio con fundamento en el artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, el peticionario respetuosamente solicita se consideren los siguientes argumentos que permiten superar todos los requerimientos hechos por el Examinador y en consecuencia se sirva conceder la presente invención:

1. **Reivindicaciones.** Con el fin de subsanar las objeciones realizadas por el Examinador, se presenta **Nuevo capítulo reivindicatorio** de la solicitud CO 08-91695 que sustituye en su totalidad al anteriormente presentado. Este nuevo capítulo contiene *las reivindicaciones 1 a 9* relacionadas con un proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón y *las reivindicaciones 10 a 14* relacionadas con un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón.

En la reivindicación 1 se precisó que en la primera etapa de preparación de los compuestos de coordinación la sal precursora de uno o más metales de transición se selecciona de molibdeno, hierro, níquel y cobalto. Adicionalmente, se precisaron las condiciones de operación de la impregnación de la etapa b), donde el material carbonoso usado como soporte es estabilizado térmicamente a temperaturas entre 973 y 1473 K preservando que dicha etapa se lleva a cabo bajo vacío y agitación ultrasónica. Por último se indicó que en la activación térmica del catalizador de la etapa c), la misma se realiza a temperaturas seleccionadas entre 420 y 460 K. De acuerdo con las modificaciones incorporadas en la reivindicación independiente 1, el solicitante considera que la apreciación por parte del Examinador sobre el requerimiento de amplitud y falta de concisión está superada. Cabe anotar que atendiendo la recomendación del Examinador, el solicitante tuvo especial cuidado

145 años
Innovando

Carrera 45 No. 26-85, EDIFICIO URIEL GUTIÉRREZ, 5º piso, Oficina 515
Telefax: (57-1) 316 5075 Conmutador: (57-1) 316 5000 Ext. 18167 Fax: 18167
Correo electrónico: ofijn_nal@unal.edu.co
Buzón de Notificaciones: notificaciones_juridica_nal@unal.edu.co
Bogotá, D. C., Colombia, Sur América

para que **todas y cada una** de aquellas características y condiciones del proceso definidas en la nueva reivindicación 1 estén enteramente sustentadas en la descripción y permitan limitar exitosamente el alcance de la invención.

En aras de dar mayor claridad a la reivindicación 5, también se precisó de la siguiente manera *"El proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón de la reivindicación 1 caracterizado en que la condición de vacío y agitación ultrasónica en la etapa b) se lleva a cabo una temperatura entre 288 y 303 K."*

Con el fin de conferir mayor claridad a las reivindicaciones 10 a 14 relacionadas con un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón se modificó la nueva reivindicación 10 especificando los metales de transición seleccionados de molibdeno, hierro, níquel y cobalto que conforman el sulfuro de la fase activa. Adicionalmente, para definir específicamente el material carbonoso se delimitó únicamente a coque o material carbonoso coquizado proveniente de carbón coquizable el cual es estabilizado térmicamente para que sea inerte en las condiciones de la licuefacción directa de carbón. En el mismo sentido se agregó esta característica del coque o material carbonoso coquizado a la nueva reivindicación 14. Se eliminaron las antiguas reivindicaciones 12, 15 y 17.

A la luz de las modificaciones hechas en el nuevo capítulo reivindicatorio para atender las recomendaciones del Examinador, comedidamente se solicita la aceptación del mismo y la consideración de que cumple a cabalidad con el artículo 30 de la Decisión 486.

2. **En relación con la descripción.** Es importante anotar que la descripción presentada es suficiente ya que no obstante, en el nuevo capítulo reivindicatorio se delimitó el soporte del catalizador únicamente a coque o material carbonoso coquizado (en otras palabras, estabilizado térmicamente en condiciones de pirólisis), dicha descripción contiene en su página 8, líneas 15 a 21 de manera expresa la formulación del catalizador con otro tipo de material carbonoso como por ejemplo carbón activado. De otro lado, es necesario aclarar que la expresión *coque térmico* utilizada por el Examinador no es correcta desde el punto de vista técnico ya que las enseñanzas de la presente invención correspondientes a la preparación u obtención de este material implican la producción de un material carbonizado denominado coque, el cual como es ampliamente conocido, por las condiciones de operación dadas en cualquier pirólisis del carbón (alta temperatura y en ausencia de aire) le confiere la propiedad de ser estable térmicamente a las condiciones del proceso donde va a ser aplicado, es decir, la licuefacción directa de carbón.

Además se solicita muy atentamente al Examinador que considere la lectura de las páginas 12 a 14 (folios 14 a 16 del expediente) donde se encuentran los ejemplos y resultados de conversión con ejemplos comparativos de catalizadores soportados en alúmina, coque y carbón activado y que fueron preparados con el método de la presente invención.

En la descripción se encuentra de manera expresa en el apartado de DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION, página 9, folio 11 del expediente, líneas 14 a 16 que "...el metal de transición puede ser seleccionado de molibdeno, hierro, níquel o cobalto o mezclas de ellos" por tanto y en aras de atender el requerimiento del Examinador se delimitó el alcance de la invención en las nuevas reivindicaciones; sin embargo, no es posible eliminar aquellas modalidades que se preservaron en las nuevas reivindicaciones (ahora delimitadas) ya que estando ejemplificadas de manera general no lo están en su forma más específica debido a que con los ejemplos y los ejemplos comparativos dados en la descripción es posible establecer la generalización de las reivindicaciones con base en la información suministrada; además los términos utilizados en su redacción son claros y concisos que permiten reproducir o ejecutar exitosamente el objeto de la invención. Por lo anterior, es importante remitirse a la Guía para Examen de Solicitudes de Patente de Invención y Modelo de Utilidad publicada en 2012 por la Superintendencia de Industria y Comercio

"El examinador debe tener en cuenta todo el contenido de la descripción, en el momento de

verificar si la invención reivindicada está soportada por la descripción. Además cuando la descripción divulga la mejor manera de llevar a cabo la invención, mediante ejemplos debe verificar si con ellos se puede establecer la generalización de las reivindicaciones, con base en la información suministrada en la descripción, y/o usando los métodos de rutina o análisis; ...", el subrayado es del solicitante.

"En referencia a la mejor manera de realizar la invención se considerará que los ejemplos son casos particulares que sirven para ilustrar la mejor manera conocida por el solicitante para ejecutar o llevar a la práctica la invención. Dado que la solicitud está dirigida a la persona del oficio normalmente versada en el ámbito tecnológico, no es necesario, ni deseable, incluir características, ni detalles que sean bien conocidos, sino que deberá divulgar las características esenciales para poner en práctica la invención, sin que ello requiera de un esfuerzo inventivo que sea superior a las habilidades ordinarias de dicha persona. Este requisito se entenderá superado con la divulgación de una razonable generalización de los ejemplos más representativos de la invención." El subrayado es del solicitante.

Finalmente, después de ser atendidas todas la recomendaciones y objeciones del Examinador y dado que se hizo la introducción de las características esenciales en las reivindicaciones sin que esto suponga ampliación de materia delimitando el alcance del nuevo capítulo reivindicatorio en relación con especificar los metales de transición, los cuales son seleccionados de molibdeno, hierro, níquel y cobalto o mezclas de ellos y precisando que el soporte es coque o material carbonoso coquizado estabilizado térmicamente, se solicita al Examinador que si es necesario ponga bajo su consideración lo acordado en el manual del inventor en las páginas 55 y 56:

"Cuando las reivindicaciones originalmente presentadas no están sustentadas en la descripción porque mencionan características que no están descritas, el examinador puede sugerir que se incorporen tal cual a la descripción para dar soporte. Esta modificación no supone ampliación siempre y cuando la materia estuviera en las reivindicaciones iniciales y éstas se hubiesen presentado junto con la descripción (Art 26 D 486)."

3. En relación con los documentos derivados del examen de patentabilidad.

El documento D1, US 5168088, difiere enormemente del proceso de la presente invención ya que en el proceso reivindicado, objeto de esta invención, **no se forma una pasta húmeda con la solución de una sal de metal de transición y el soporte o material carbonoso sino que en la primera etapa se produce el compuesto de coordinación metal:tiourea en solución homogénea acuosa y como característica esencial y condiciones únicas de proceso, la generación del compuesto de coordinación se hace añadiendo una solución acuosa de una sal precursora de seleccionada de molibdeno, hierro, níquel y cobalto a una solución de tiourea en la cual dicha adición se realiza lentamente de acuerdo a un procedimiento gota a gota o con un flujo entre 0,5 y 1 mL/min; y con una relación molar metal: tiourea de 1:2 a 1:5; a temperaturas de mezclado seleccionadas entre 290 y 307 K.**

Como es evidente, el documento D1 no revela la formación de un compuesto de coordinación y mucho menos las condiciones de mezclado, velocidad de adición, relación molar metal:tiourea ni temperatura bajo la cual se puede obtener el compuesto de coordinación tal y como se reivindica en la presente invención.

La presente invención tampoco contempla una etapa de precipitación del óxido hidratado de los metales de transición usados y mucho menos la precipitación del sulfuro del metal sobre el soporte (aunque D1 no dice cómo se prepara el sulfuro y los compuestos azufrados de partida), donde dicha pasta húmeda se utiliza directamente en la hidrogenación de carbón. Además,

Por el contrario, el compuesto de coordinación metal:tiourea se encuentra en forma acuosa completamente disuelto. La etapa b) del proceso de la presente invención comprende la

impregnación del compuesto de coordinación que está completamente disuelto en fase acuosa en un coque o material carbonoso coquizado y estabilizado térmicamente a las condiciones del proceso de licuefacción de carbón. Así, es claro que en la presente invención no hay precipitación de óxidos que implican en la práctica un manejo y control de pH durante la misma y además el control de la sobresaturación relativa para inhibir el crecimiento cristalino. Adicionalmente, no es necesaria la filtración que implica una etapa adicional y que está relacionada en el documento D1.

De otro lado, el soporte de D1 no está térmicamente estabilizado y por tanto reacciona durante el proceso perdiendo la fase activa su soporte y por ende su alta dispersión. D1 tampoco revela la condición de proceso supremamente importante que se destaca en la etapa b) de la presente invención cual fuere la agitación ultrasónica durante la impregnación bajo vacío.

Dado que en D1, para obtener la fase activa en forma de sulfuro de metal de transición es imprescindible incorporar H_2S , C_2S ó $(NH_4)_2S$ en un paso posterior a la primera y segunda etapa de formación de pasta húmeda y precipitación con amoníaco del $FeOOH$ respectivamente, es posible concluir que no presenta las ventajas técnicas por la cual el proceso de la presente invención es novedoso y tiene nivel inventivo.

El proceso de D1 resulta costoso y no es amigable con el medio ambiente ya que las condiciones de manejo de los compuestos azufrados y más especialmente la utilización de gases como CS_2 , H_2S implican cuidados especiales. Es bien conocido que el H_2S , el cual, es el más usado en este proceso, es un gas incoloro, inflamable, corrosivo, que en altas concentraciones puede ser venenoso y por tanto necesita de una seguridad en la planta de producción que eleva los costos de la obtención de los catalizadores.

Por el contrario, el proceso de la presente invención incluye para la activación del catalizador un tratamiento térmico a temperaturas específicas y a presión atmosférica. No resulta obvio ni evidente que a partir de las enseñanzas de D1 ni mucho menos que por una modificación de las condiciones de las etapas que constituyen el proceso de D1 se pueda derivar el proceso reivindicado en la presente invención ya que ninguna de las etapas, el orden de las mismas y las condiciones de operación se parecen siquiera al hacer la comparación entre los dos métodos.

La diferencia más clara que presenta el proceso de la presente invención con el proceso divulgado en el documento D2, US 5139990, radica en que la solución del compuesto de azufre orgánico se impregna sobre un catalizador fresco o usado (que de hecho es un catalizador comercial) que ya contiene los metales de transición en forma de óxidos; lo anterior quiere decir de manera evidente que no obstante, se use una solución de tiourea **NO** se forman los compuestos de coordinación o los complejos de metal:tiourea. Es importante aclarar que no por el sólo hecho de utilizar especies que actúen como bases de Lewis y por tanto tengan propiedades de ligandos; los mismos formen de manera automática el complejo con el metal sobre todo porque dicho metal no está en fase acuosa sino que está en forma sólida sobre el catalizador fresco o usado y además en la forma de óxido, con lo cual dicho metal, en este caso no puede actuar como un ácido de Lewis para formar el compuesto de coordinación.

En otras palabras, la reacción que da lugar a la primera etapa del método de la presente invención debe llevarse a cabo en las condiciones de operación únicas reivindicadas. Pero no sólo se debe cumplir que la primera etapa sea dicha reacción sino que se siga el mismo orden que se reclama y bajo las condiciones específicas en las que se lleva a cabo la obtención del catalizador.

Lejos de las enseñanzas y del proceso que se reclama en la presente invención, el proceso de D2 comprende una presulfidación (ex situ al reactor donde se lleva a cabo la hidrogenación) en la cual se impregna dicho catalizador fresco o usado con una solución de un compuesto de azufre orgánico; posteriormente dicho material impregnado se seca y se activa con H_2 a alta temperatura. Cabe anotar que los procesos de hidrotratamiento para los cuales es aplicable el catalizador de D2 están orientados al sometimiento de hidrocarburos

del tipo LGO o VGO. Aunque este proceso de obtención del catalizador es simple y no utiliza CS_2 o H_2S resulta muy costoso ya que la activación requiere alta temperatura y alta presión de hidrógeno, lo cual implica que si bien sus inventores, J. de Jong y colaboradores requieren superar las interrupciones prolongadas a que se ven sometidos los procesos de hidrotratamientos debido a la toxicidad y los problemas de usar agentes azufrados dentro del reactor con este proceso de todas formas necesitan un reactor de activación (para hacerlo ex situ) al cual se le desplazarán los problemas resueltos para el reactor de hidrotratamiento.

Por el contrario, con el proceso de la presente invención no es necesario la activación dentro del reactor donde se lleva a cabo la hidrogenación y por tanto se obtiene un catalizador útil en la licuefacción de carbón que debe promover la disolución inicial de la macromolécula del carbón, ser efectivo en las reacciones de hidrocrackeo, estabilizar los radicales libres que se forman durante la termólisis, remover eficientemente los heteroátomos de la estructura del carbón, hidrogenar los sitios apropiados en el carbón e hidrogenar las moléculas del solvente.

En cuanto a las múltiples referencias citadas por el Examinador, es importante aclarar que las tres publicaciones se refieren a materiales carbonosos y dentro de ellos específicamente a carbones activados, ninguno de ellos a coque o material carbonoso coquizado estabilizado térmicamente tal como se define en la presente invención. Por el contrario, el carbonizado usado en las publicaciones científicas ha sido sometido a activación con vapor de agua, desmineralización e incluso a modificación especial para el desarrollo de la porosidad y la generación de grupos funcionales de interés en cada uno de los procesos donde se emplean. Tampoco revelan en ninguno de los tres casos el proceso de obtención del catalizador tal y como se reclama en la presente invención.

No obstante en el diseño de catalizadores, la norma general revelada en el estado del arte es emplear soportes con alta área superficial en el desarrollo de esta investigación se encontró que este parámetro no influye de manera determinante en la licuefacción del carbón ni en la selectividad a los productos líquidos. De acuerdo con los estudios realizados y como resultado de la investigación, se puede concluir que la ventaja del soporte seleccionado de un material carbonoso estabilizado térmicamente radica en que es más afín con la macroestructura del carbón a licuar facilitando la difusión de las macromoléculas hasta los sitios activos. Los grandes poros del coque, facilitan la difusión a través del catalizador de las macromoléculas derivadas de la pirólisis del carbón, factor que favorece en gran medida la interacción de la fase activa del catalizador con los radicales formados, impidiendo que estos se recombinen, e incrementando el rendimiento hacia los productos líquidos.

4. En virtud de la completitud de la respuesta dada a los requerimientos del Examinador y del nuevo capítulo reivindicatorio, el solicitante respetuosamente considera que han sido superados en su totalidad los requisitos de patentabilidad establecidos por la Decisión 486, a la luz de los argumentos expuestos que fortalecen la novedad y el nivel inventivo de las nuevas reivindicaciones.

5. Anexo:

Copia del nuevo capítulo reivindicatorio que sustituye el anteriormente presentado y donde se han subsanado la totalidad de las recomendaciones formuladas por el Examinador.

Teniendo en cuenta todo lo anterior, se anexa nuevo capítulo reivindicatorio para su estudio y se solicita se conceda el privilegio de patente de invención a la presente solicitud..

Finalmente, agradecemos las sugerencias y observaciones realizadas a esta solicitud de patente por parte del Examinador Técnico, las cuales fueron de mucha utilidad para perfeccionarla.

Cordial saludo,



ASTRID MIREYA SUÁREZ PRIETO

C.C. No. 52.155.890 de Bogotá

T.P. No. 169.160 del C. S. de la J.

Anexo lo enunciado en un (1) folio.

Fecha de Impresión: 22-10-2012.

Reviso: Dra. Nancy Stella Cruz Gallego – Directora Oficina Jurídica Nacional.

Preparo: Astrid Suárez Prieto – Asesora.

Reparto: 686 -2008

NUEVO CAPÍTULO REIVINDICATORIO

1. Un proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón caracterizado porque comprende las siguientes etapas:
 - a) Preparación de los compuestos de coordinación metal-tiourea a partir de añadir una solución acuosa de una sal precursora de uno o más metales de transición seleccionados de molibdeno, hierro, níquel o cobalto a una solución de tiourea, a temperatura ambiente que puede ser seleccionado del intervalo comprendido entre 290 y 307 K, en la que la adición de la sal precursora a la tiourea se realiza a un flujo de 0,5 a 1 mL/min;
 - b) Impregnación del coque o material carbonoso coquizado, estabilizado térmicamente a temperaturas entre 973 y 1473 K, utilizado como soporte del catalizador bajo vacío y en presencia de agitación ultrasónica; y
 - c) Activación del catalizador por tratamiento térmico a temperaturas seleccionadas entre 420 y 460 K y a presión atmosférica.
2. El proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón de la reivindicación 1 caracterizado porque en la etapa a) de preparación de los compuestos de coordinación metal-tiourea, la relación molar metal: tiourea está comprendida en el rango de 1:2 a 1:5.
3. El proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón de la reivindicación 1 caracterizado porque en la etapa a) de preparación de los compuestos de coordinación metal-tiourea, la adición del compuesto de coordinación a la solución de tiourea se realiza de acuerdo con un procedimiento gota a gota.
4. El proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón de la reivindicación 1 caracterizado porque en la etapa b) la impregnación se realiza adicionando la solución del compuesto de coordinación metal-tiourea a un flujo entre 0,5 y 1,0 mL/min.

5. El proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón de la reivindicación 1 caracterizado porque el vacío y la agitación ultrasónica en la etapa b) se lleva a cabo una temperatura entre 288 y 303 K.
6. El proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón de la reivindicación 1 caracterizado porque la etapa b) se lleva a cabo bajo condiciones de vacío y en presencia de agitación ultrasónica durante 30 min.
7. El proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón de la reivindicación 1 caracterizado porque en la etapa b) se obtiene un precatalizador con alta dispersión del compuesto de coordinación sobre el soporte del catalizador.
8. El proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón de la reivindicación 1 caracterizado porque en la etapa b) el material carbonoso es tratado previamente a temperaturas entre 900 y 1473 K en ausencia de aire y se desgasifica a temperaturas entre 288 y 303 K bajo vacío y con aplicación de ultrasonido durante un intervalo de tiempo entre 15 y 60 min.
9. El proceso para la obtención de un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón de la reivindicación 1 caracterizado porque en la etapa c) el precatalizador se somete a tratamiento térmico a temperaturas seleccionadas entre 420 y 460 K durante un período de tiempo comprendido entre 4 a 8 h.
10. Un catalizador útil para la licuefacción directa de carbón obtenido por el proceso de las reivindicaciones 1 a 9 caracterizado porque comprende:
 - a) una fase activa que es un sulfuro de metal de transición seleccionado de sulfuro de molibdeno, hierro, níquel, cobalto o mezclas de ellos, obtenida vía formación de un compuesto de coordinación de metal-tiourea y posterior activación térmica, y
 - b) coque o material carbonoso coquizado que ha sido sometido a tratamiento de estabilización térmica a temperaturas entre 973 y 1473 K de tal forma que sea inerte bajo las condiciones de la licuefacción directa de carbón.

11. El catalizador de la reivindicación 10 útil para la licuefacción directa de carbón obtenido por el proceso de las reivindicaciones 1 a 9 caracterizado porque la fase activa se encuentra dispersada sobre el coque o material carbonoso coquizado y estabilizado térmicamente.
12. El catalizador de la reivindicación 10 útil para la licuefacción directa de carbón obtenido por el proceso de las reivindicaciones 1 a 9 caracterizado porque el contenido de azufre másico depositado como fase activa se encuentra entre 1 y 5% en peso en base seca y libre de cenizas.
13. El catalizador de la reivindicación 10 útil para la licuefacción directa de carbón obtenido por el proceso de las reivindicaciones 1 a 9 caracterizado porque contiene depositado en la superficie del catalizador de 1 a 5% en peso de metal y de 1 a 5% en peso de azufre.
14. El catalizador de la reivindicación 10 útil para la licuefacción directa de carbón obtenido por el proceso de las reivindicaciones 1 a 9 caracterizado porque el soporte es coque o material carbonoso coquizado que presenta un contenido de carbono que oscila entre 90 a 95% en peso, un contenido de azufre entre 0,6 y 1,0 % en peso, base seca; un contenido entre 0,5 y 1% en peso, base seca de materia volátil, y de 7 a 10% en peso, base seca de cenizas.