

Respuesta a Requerimientos

1 Datos del Solicitante

Nombre:	PEDRO MARTIN MANCERO COLOMA	Dirección Electrónica:	PEDROMANCEBO@BIOPHARMACHEMICALS.ES
Dirección:	CL 101 19A 33	Domicilio/País de constitución:	COLOMBIA - CUNDINAMARCA - BOGOTA D.C.
Identificación: ☐ CEDULA DE CIUDADANIA ☒ CEDULA DE EXTRANJERIA ☐ EMPRESA EXTRANJERA ☐ NIT ☐ PASAPORTE Número: 558855-			

2

Dato de la Creación

Identificación de la Creación	No. de Certificado	Vigencia	No. de Expediente	Tipo Trámite
-------------------------------	--------------------	----------	-------------------	--------------

MÉTODO DE OBTENCIÓN DE ÓXIDO DE MATERIAL PREGRAFÍTICO, ÓXIDO DE GRAFENO O GRAFENO A PARTIR DE ANTRACITA Y PRODUCTOS OBTENIDOS POR DICHO MÉTODO		000000		16073089	PATENTES DE INVENCION
3	Texto de la Comunicación	2016004140OF00000000001			
4	Anexos				
☒ Anexos					

Figuras

Figura 1/7

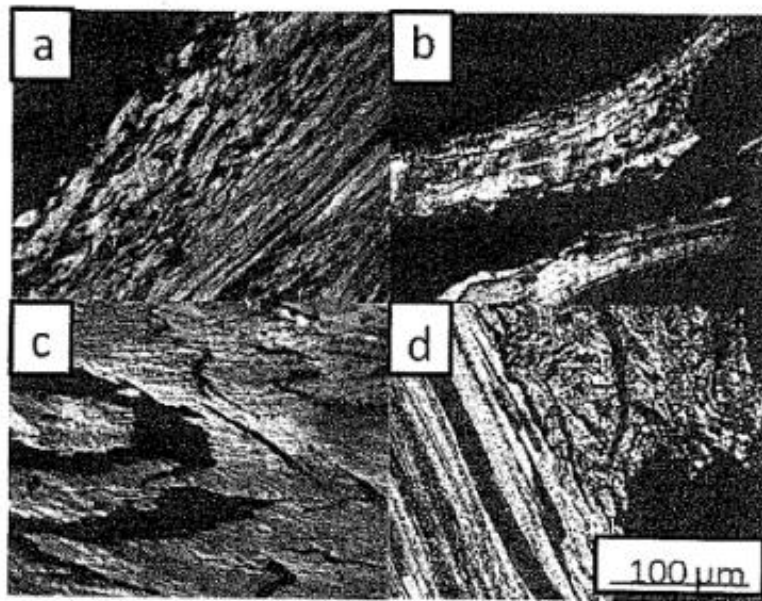


Fig. 1.

Figura 2/7

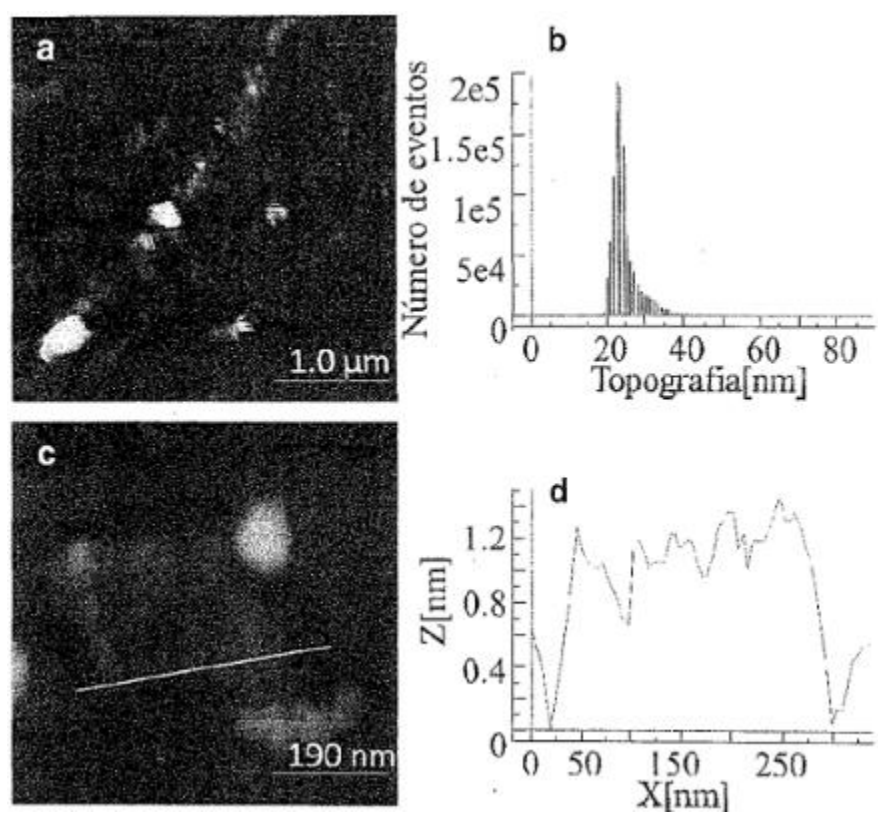


Fig. 2.

Figura 3/7

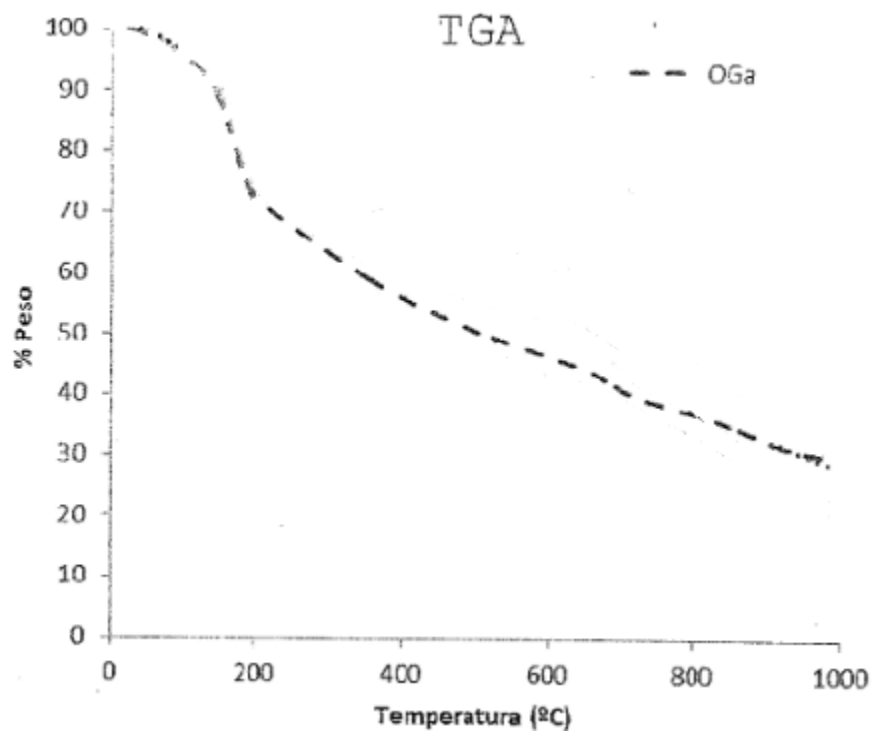


Fig. 3.

Figura 4/7

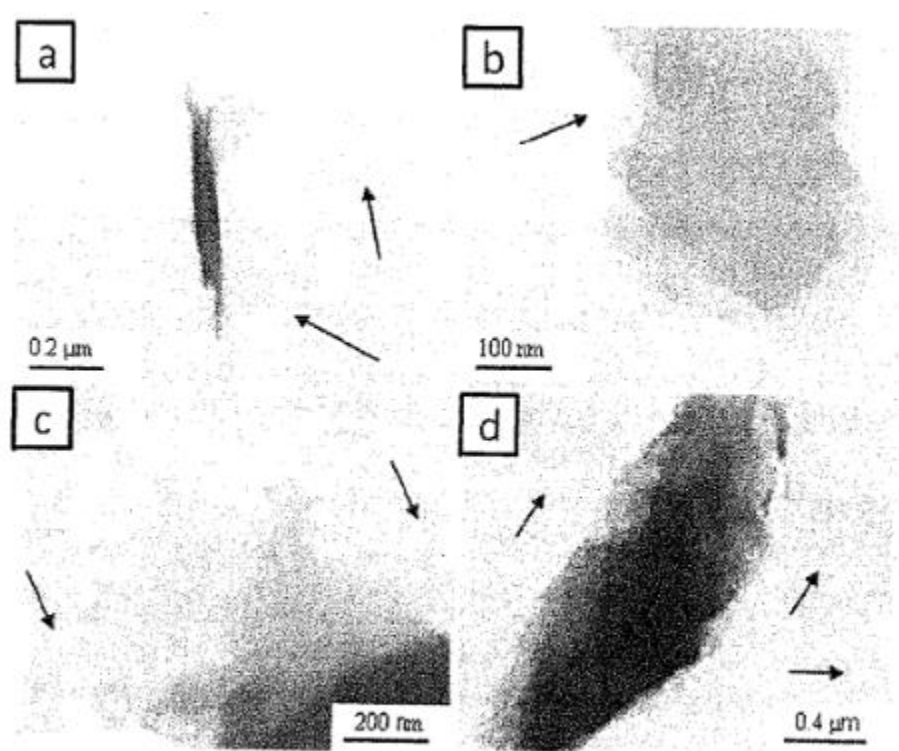


Fig. 4.

Figura 5/7

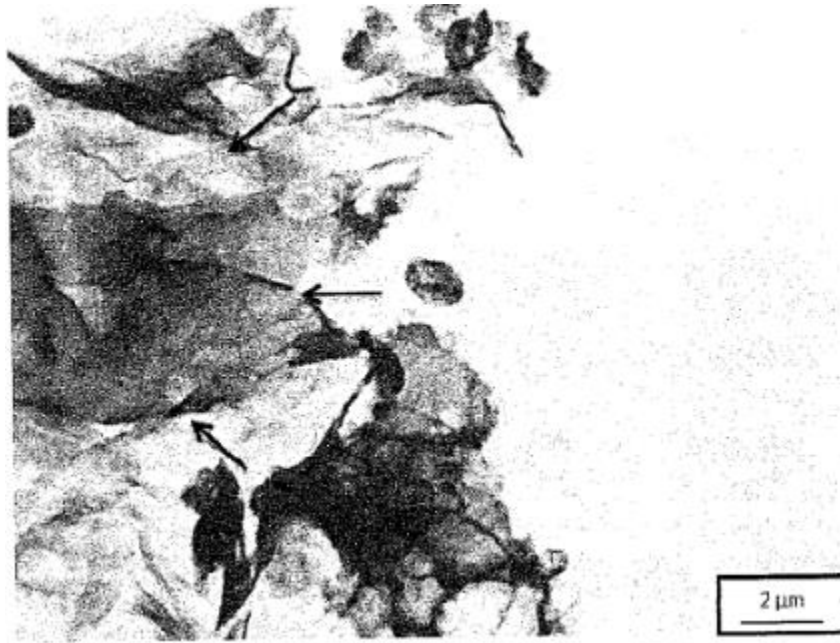


Fig. 5.

Figura 6/7

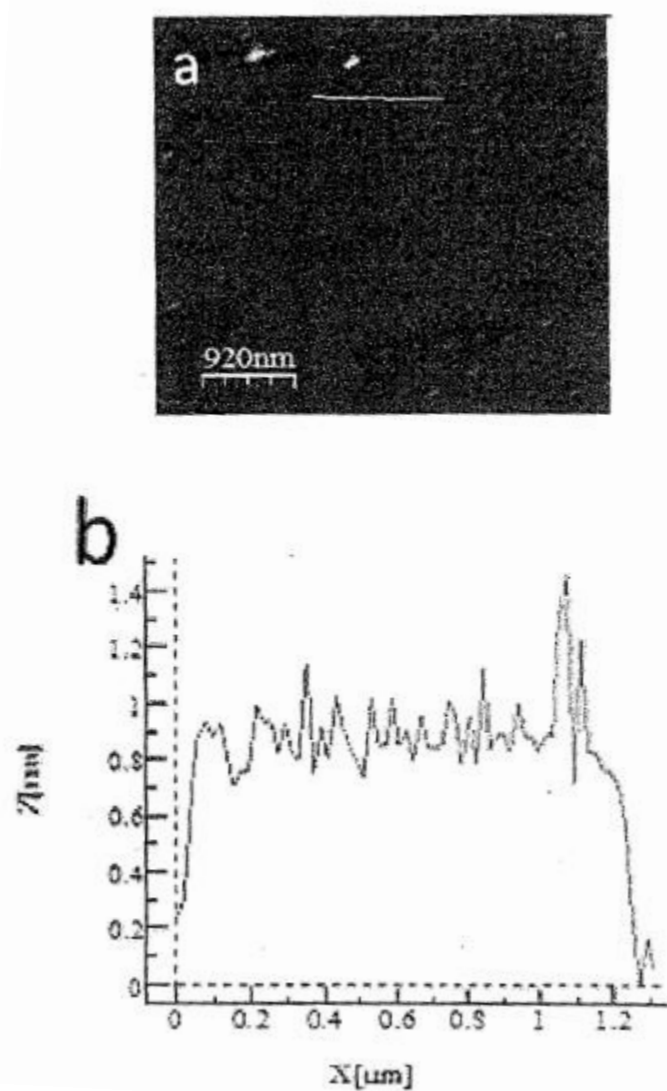


Fig.6

Figura 7/7

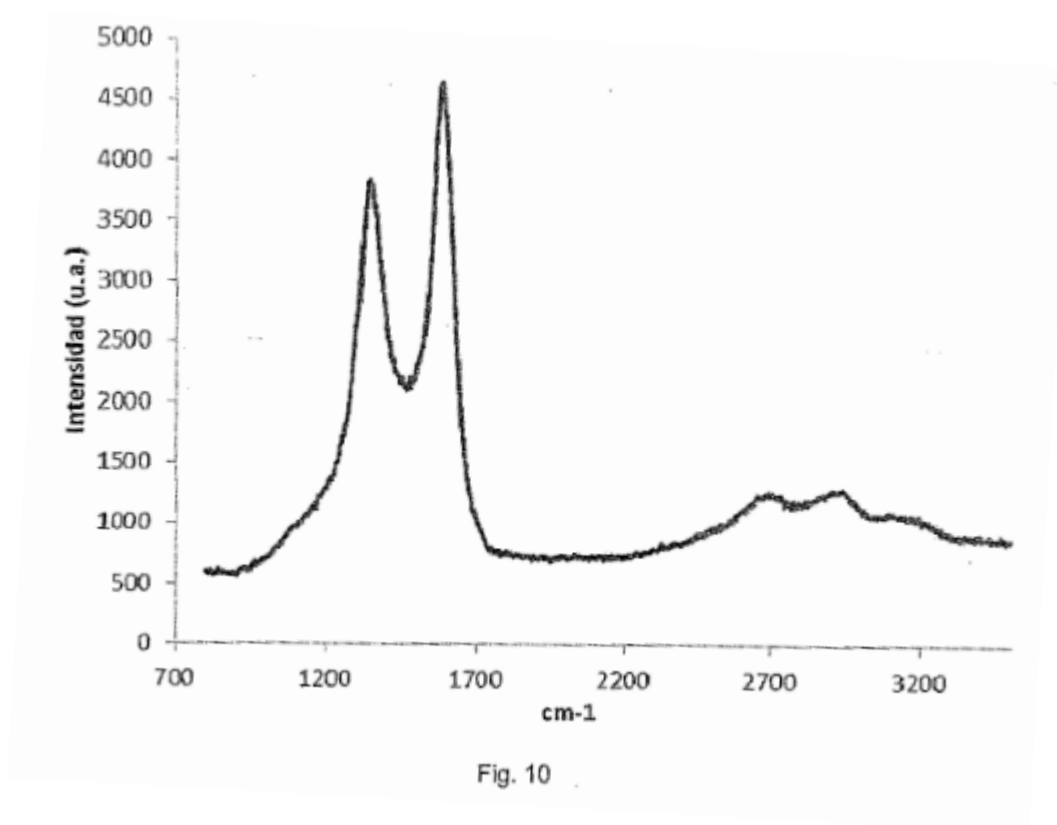


Fig. 7.

MÉTODO DE OBTENCIÓN DE ÓXIDO DE ANTRACITA, ÓXIDO DE GRAFENO O GRAFENO A PARTIR DE ANTRACITA Y PRODUCTOS OBTENIDOS POR DICHO MÉTODO

5

DESCRIPCIÓN

SECTOR DE LA TÉCNICA

La presente invención se sitúa dentro del sector de la industria del carbón/petróleo y sus derivados. En particular, está relacionada con los métodos de preparación de óxidos de material pregrafítico, óxidos de grafeno y grafenos.

10

La aplicación de esta invención está dirigida a numerosos sectores (imagen, microelectrónica, catálisis) debido al elevado potencial de los grafenos para ser utilizados tanto en sectores emergentes (imagen, microelectrónica) como en la implementación de otros existentes (catálisis, energía, etc.).

15

ESTADO DE LA TÉCNICA

El grafeno, (lámina de carbono con hibridación sp^2 y espesor monoatómico) ha suscitado un gran interés en los últimos años debido a las extraordinarias propiedades electrónicas y mecánicas que presenta. Estas lo hacen interesante para multitud de aplicaciones, como conversión y almacenamiento de energía

20

(celdas solares, supercondensadores), electrónica (circuitos basados en grafeno), etc. (ver por ejemplo Camblor R., Hoeye S.V., Hotopan G., Vázquez C., Fernández M., Las Heras F., Alvarez P., Menéndez R. Microwave frequency tripler based on a microstrip gap with graphene. J. Electromag. Waves Appl. 2011, 25 (14-15), 1921-1929).

25

Uno de los problemas en la implantación de los sistemas mencionados anteriormente a escala industrial es que el grafeno pueda ser fabricado a media o gran escala. La preparación a gran escala de grafeno es, hoy en día, uno de los mayores retos de la investigación en este campo.

30

En la actualidad la preparación de grafeno a partir de grafito o derivados grafiticos por métodos químicos es la vía que más fácilmente permite un escalado en la producción y garantiza su explotación industrial a gran escala. En particular la oxidación/exfoliación de un grafito es la metodología más extendida. En ese

proceso se genera tras la oxidación de un grafito un óxido de grafito, material con estructura laminar tridimensional de grafito pero con sus láminas oxidadas tanto en bordes como en planos basales. La separación de las láminas y formación del material denominado óxido de grafeno se produce durante la exfoliación, mientras

que la reducción del óxido de grafeno unilaminar, que puede ser producida por distintos métodos, da lugar al grafeno. Más aún, el óxido de grafito y el óxido de grafeno son materiales que en sí tienen mucho interés (ver por ejemplo González Z., Botas C., Alvarez P., Roldán S., Blanco C., Santamaría R., Granda M., Menendez R. Thermally reduced graphite oxide as positive electrode in vanadium redox flow batteries. Carbon, 2012, 50 (3),828-834).

Se pueden encontrar numerosas referencias a la utilización de grafitos y materiales gráfiticos como precursores en la preparación de grafeno. La oxidación de grafito con un agente oxidante fuerte para dar lugar al óxido de grafeno se conoce desde el siglo XIX. Este método consiste en el tratamiento de un grafito

con ácido nítrico concentrado, ácido sulfúrico concentrado y clorato potásico (Staudenmaier L., Verfahren zur Darstellung der Graphitsäure, Ber. Dtsch. Chem. Ges., 1898, 31, 1481-1487). Desde entonces son numerosas las variaciones que ha sufrido esta metodología, con la idea principal de reducir la peligrosidad y dificultades de manejo de los reactivos utilizados. Destaca el conocido "método de Hummers" que utiliza para el tratamiento del grafito nitrato de sodio, permanganato potásico y ácido sulfúrico concentrado (Hummers W.S., Offeman R.E. Preparation of Graphitic Oxide, J. Am. Chem. Soc., 1958, 80 (6), 1339-1339).

Otras alternativas que también utilizan grafito pueden ser la intercalación/exfoliación (US2009/0028778A1) o exfoliación micromecánica

(Novoselov K.S., Geim A.K., Morozov S.V., Jiang D., Zhang Y., Dubonos S.V., Grigorieva I.V., Firsov A.A. Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. Science, 2004, 305 (5696), 666-669) si bien esta última no es fácilmente escalable.

Alternativas al grafito tanto natural como sintético hasta el momento son solo otros materiales gráfiticos como nanofibras de carbono y segmentos cortos de fibras de

carbono gráficas (US2009/0028778A1). Solo en algunos ejemplos en los que se utilizan procedimientos mecánicos para la formación de grafeno a partir de grafito (US2010/0176337) se sugiere la posibilidad de utilización de derivados no

grafitizados (pregrafíticos), si bien no se ha demostrado en ningún momento su viabilidad.

La principal característica que hace al grafito un material interesante en la preparación de grafenos es su estructura policristalina y anisótropa, compuesta de láminas de carbono (carbono unido covalentemente por enlaces sp^2 tipo grafeno) pero apiladas tridimensionalmente mediante fuerzas relativamente fuertes de van der Waals. Las dimensiones cristalinas tanto de la lámina (eje a) y de apilamiento (eje c) y una distancia interplanar aproximada de 0.34 Å definen cada grafito y se relacionan con las propiedades de la monolámina de grafenos de él obtenida (Botas C., Alvarez P., Blanco C., Santamaría R., Granda M., Ares P., RodríguezReinoso F., Menéndez R. The effect of the parent graphite on the structure of graphene oxide. Carbon, 2012, 50 (1), 275-282). La materia prima, en cuanto lo que se refiere a grafitos naturales, se ve condicionada por su escasa disponibilidad (China, India, etc.) y localización (aspectos geopolíticos). Por otra parte, el alto contenido en cenizas y otras impurezas que suelen presentar puede deteriorar las propiedades de las láminas de grafeno. Por otro lado, la preparación de grafitos sintéticos a partir de precursores de carbono grafitizables (coques principalmente que son materiales precursores de coques obtenidos a más baja temperatura) requiere la utilización de temperaturas en torno a los 2.800-3.000°C para obtener una estructura completamente gráfitica, lo que supone un importante costo energético y económico.

Materiales gráfiticos como fibras de carbono o nanofibras de carbono suponen un coste elevado.

A diferencia de los materiales gráfiticos que presentan una estructura altamente ordenada, los materiales pregrafíticos presentan únicamente cierta ordenación (materiales anisótropos) con valores de L_c y L_a que pueden oscilar entre alrededor de 3,66 nanómetros (nm) y alrededor de 5,36 nanómetros para L_c , con distancias interplanares entre alrededor de 0,345 a 0,337 nanómetros. Estos materiales pregrafíticos son excelentes precursores de grafitos a través de tratamientos térmicos a temperaturas en torno a 2.500-2.800°C. Sin embargo, hasta el momento no se habían utilizado directamente, sin etapa de gráfización, en la preparación de grafenos.

Teniendo en cuenta las divulgaciones del estado de la técnica cabría esperar que la obtención de grafeno a partir de un material pregrafítico, sin etapa de grafitización, no tendría lugar con un rendimiento elevado o, de poder realizarse, presentaría problemas técnicos adicionales que dificultarían su

- 5 implantación a escala industrial debido a la ordenación únicamente parcial de su estructura, a diferencia de la ordenación altamente ordenada de los materiales grafiticos utilizados hasta el momento.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

- 10 La presente invención se basa en que los inventores han demostrado que es posible la obtención de grafeno mediante la transformación de un material pregrafítico, que no ha sido sometido a un tratamiento de grafitización, y todo ello basándose en procedimientos tradicionales pero de manera más eficiente y rentable. Más aún, los procedimientos seguidos (similares a los convencionales)
- 15 tienen lugar a una temperatura inferior a 1.500°C, o inferior a 1.200°C, e incluso inferior a 1.000°C, con lo que se garantiza que en ningún momento se pueda producir la grafitización del material pregrafítico.

- En el método descrito en la presente invención se pueden obtener además del grafeno otros productos como son el óxido del material pregrafítico de partida
- 20 y óxido de grafeno, materiales de gran valor por sí mismos.

- La presente invención proporciona un método ventajoso de obtención del producto seleccionado del grupo que consiste en óxido de material pregrafítico, óxido de grafeno y grafeno, ya que los materiales pregrafíticos están fácilmente disponibles comercialmente, son muy abundantes y su fabricación es mucho más
- 25 25 barata que la de grafito sintético u otros materiales grafiticos de alto precio (requerimiento de una etapa de grafitización) o de disponibilidad estratégica limitada (como el grafito natural).

- La utilización de materiales pregrafíticos como alternativa al grafito y otros materiales grafiticos presenta numerosas ventajas económicas,
- 30 30 medioambientales, energéticas y estratégicas ya que son productos que se comercializan para numerosas aplicaciones estándar en la industria actual (ánodos para la industria del aluminio, etc.), lo que garantiza su producción.

Además, en su preparación se requieren necesidades energéticas menores, temperaturas más bajas, que para la obtención de grafito sintético. El interés económico de la implantación del método de la presente invención es, pues, muy alto.

5 Por tanto, un aspecto de la presente invención se refiere a un método, en adelante método de la invención, de obtención de grafeno que comprende el tratamiento de un material pregrafítico mediante su separación laminar a una temperatura inferior a 1.500°C, preferiblemente inferior a 1.200°C, más preferiblemente inferior a 1.000°C.

10 En una realización preferida y previamente al tratamiento del material pregrafítico se lleva a cabo una molienda o tamizado este material pregrafítico hasta al menos un tamaño de 100 pm o menor, más preferentemente entre 70-100 micras (pm), de esta forma el tratamiento posterior es más rápido.

La separación laminar se puede llevar a cabo mediante exfoliación, intercalación o choque térmico, entre otras técnicas conocidas por cualquier experto en la materia. Preferiblemente la separación laminar se lleva a cabo mediante exfoliación con disolvente, por ejemplo y sin limitarse a isopropanol, acetato de etilo o N-metil-pirrolidona, entre otros, más preferiblemente el disolvente es N-metil-pirrolidona, y aún más preferiblemente en la exfoliación se
 15 utiliza ultrasonidos.
 20

Con el método de la presente invención, además de la obtención directa del grafeno mediante la transformación del material pregrafítico, se pueden obtener otros productos como por ejemplo el óxido del material pregrafítico y/o el óxido de grafeno, mediante la adición de etapa intermedias de reacción. Por tanto, en otra
 25 realización particular, el método de la invención además comprende las siguientes etapas:

- a) opcionalmente molienda o tamizado del material pregrafítico hasta al menos un tamaño de 100 micras (pm), preferentemente entre 70-100 micras (pm).
- b) transformación oxidante del material pregrafítico o del material
 30 pregrafítico en su óxido correspondiente,

c) opcionalmente separación y/o purificación del óxido sólido obtenido en la oxidación del material pregrafítico de b),

d) obtención de óxido de grafeno a partir del óxido sólido obtenido en b) o c), y

5 e) obtención de grafeno a partir del material pregrafítico o del material pregrafítico de a) o a partir del óxido de grafeno de d);

donde la temperatura en cualquiera de las etapas es inferior a 1.500°C, preferiblemente inferior a 1.200°C, más preferiblemente inferior a 1.000°C.

En una realización más preferida, las etapa a) y/o la etapa c) no son
10 opcionales en dicho método y aún que no son esenciales mejoran la efectividad de las etapas posteriores.

Por tanto, una realización particular de la presente invención lo constituye un método de obtención de un producto seleccionado del grupo que consiste en óxido de material pregrafítico, óxido de grafeno y grafeno, caracterizado por que
15 se inicia a partir de un material pregrafítico, no utiliza temperaturas superiores a 1.500°C, preferiblemente inferiores a 1.200°C y aún más preferiblemente inferior a 1.000°C, en ninguno de los pasos del método y que comprende las siguientes etapas:

a) molienda o tamizado del material pregrafítico hasta al menos un tamaño de
20 100 micras (µm), preferentemente entre 70-100 micras (µm),

b) transformación oxidante del material pregrafítico de a) en su óxido correspondiente,

c) separación y/o purificación del óxido sólido obtenido en la oxidación del material pregrafítico de b),

25 d) obtención de óxido de grafeno a partir del óxido sólido obtenido en c), y

e) obtención de grafeno a partir del óxido de grafeno de d).

Un objeto particular lo constituye el método de la invención donde el material pregrafítico de a) es antracita, material con mayor disponibilidad que el grafito u otros materiales grafíticos habituales en la fabricación de grafeno.

30 Estas antracitas pueden ser de diferentes orígenes geográficos. Diferentes antracitas pueden tener distinto grado de ordenamiento cristalino, siendo siempre mayores a los otros tipos e carbón mineral.

En el método de la presente invención también puede utilizarse cualquier otro material pregrafítico obtenido a partir de otras materias primas como breas de petróleo o breas sintéticas, así como materiales pregrafíticos obtenidos por otros procedimientos, como tratamientos térmicos de precursores a temperaturas por debajo de los 1.000°C o tratamientos de precursores orgánicos aromáticos a presión.

Otro objeto particular de la invención lo constituye el método de la invención donde el método se utiliza para obtener grafeno y donde el material pregrafítico es antracita.

En una realización preferida de la invención, el método de la invención se utiliza para producir grafeno y comprende una etapa a) de molienda o tamizado de antracita como material pregrafítico con un tamaño de partícula entre 70-100 micras (μm).

En el método de la presente invención también puede utilizarse el material pregrafítico sin controlar el tamaño de partícula. En este caso pueden ser necesarios tiempos de reacción más largos, o reactivos más oxidantes a los indicados como preferidos en la presente solicitud de patente. Así, otro objeto particular de la invención lo constituye el método de la invención en el que la etapa a) de molienda o tamizado se suprime, y se inicia el método directamente en la etapa b).

Los materiales pregrafíticos utilizados como precursores en el método de la presente invención pueden transformarse en óxido de material pregrafítico, óxido de grafeno o grafeno a través de procedimientos descritos en el estado de la técnica que comprendan la utilización como materiales de partida de grafitos o materiales graníticos. Por ejemplo, la separación de sus láminas mediante intercalación, choque térmico, etc. Así mismo también pueden obtenerse por métodos descritos para la preparación de grafeno, por ejemplo, reducción química, exfoliación y reducción térmica de óxido de antracita, reducción con hidrógeno, etc. Véanse por ejemplo la referencia US2009/0028778A1.

Otro objeto particular de la invención lo constituye el método de la invención en el que la etapa b) de transformación oxidante del material pregrafítico de a) en su óxido correspondiente se lleva a cabo mediante, a título ilustrativo y sin que limite el

alcance de la invención, una técnica perteneciente al siguiente grupo: tratamiento o reducción química, intercalación, choque térmico, exfoliación y reducción térmica de óxido de antracita y reducción con hidrógeno.

Una realización particular de la invención lo constituye el método de la invención donde la etapa b) de transformación del material pregrafítico de a) en su óxido correspondiente mediante tratamiento químico de los materiales pregrafíticos se lleva a cabo utilizando como reactivos nitrato de sodio, permanganato potásico, ácido sulfúrico, agua oxigenada, agua destilada, y agua desionizada (Mili-Q), si bien el procedimiento no está limitado a estos reactivos.

En una realización aún más preferida, el método de la presente invención etapa b) de transformación del material pregrafítico de a) en su óxido correspondiente se lleva cabo mediante un tratamiento químico que utiliza relaciones en peso de material pregrafítico/nitrato de sodio/permanganato de potasio de entre 1/1/7 a 1/1/3 dependiendo del material pregrafítico. Los volúmenes de reacción preferentes se corresponden con un 20 vol% de ácido sulfúrico y un 80 vol% de agua oxigenada al 3%, siendo los porcentajes en volumen expresados respecto al volumen total de reacción, o también un 20 vol % de ácido sulfúrico y un 8 vol% de agua oxigenada y 72% de agua destilada, de nuevo expresados respecto al volumen total de la reacción, pudiendo variarse estas proporciones dependiendo preferentemente de las características del material.

Otro objeto particular de la invención lo constituye el método de la invención en el que la etapa c) de separación y/o purificación del óxido sólido obtenido en la oxidación del material pregrafítico de b) se lleva a cabo mediante, a título ilustrativo y sin que limite el alcance de la invención, una técnica perteneciente al siguiente grupo: centrifugación y posterior decantación del sobrenadante, ultracentrifugación o diálisis.

En otra realización preferida, el método de la invención permite la separación del óxido procedente de la oxidación del material pregrafítico, preferiblemente antracita sólido. Preferentemente esta separación se puede realizar mediante centrifugación y posterior decantación del sobrenadante. Si no es posible separar el material oxidado sólido por centrifugación, se puede realizar la separación por ultracentrifugación, preferiblemente a velocidades elevadas, o

diálisis.

En otra realización preferida, el método de la invención comprende la purificación del óxido procedente de la oxidación del material pregrafítico, preferiblemente antracita. En una realización aún más preferida, esta purificación
 5 tiene lugar mediante la repetición de las secuencias de separación de los óxidos anteriormente mencionada, previa adición de agua desionizada, hasta que el agua separada por decantación tenga pH neutro. Sin embargo, también puede utilizarse otro tipo de agua, así como cualquier otra metodología tal como, por ejemplo, filtración, diálisis o adición de otros disolventes, para lavar el óxido de grafito
 10 obtenido.

Otro objeto particular de la invención lo constituye el método de la invención en el que la etapa c) de separación y/o purificación se suprime.

Una realización particular de la invención lo constituye el método de la invención donde material pregrafítico es antracita y el producto obtenido es óxido de antracita. Este óxido de antracita se obtiene tras las etapas a), b) y c).
 15

Otro objeto particular de la invención lo constituye el método de la invención en el que la etapa d) de obtención de óxido de grafeno a partir del óxido sólido obtenido en c) se lleva a cabo mediante la separación de las láminas del óxido de grafeno.

Otra realización particular de la invención lo constituye el método de la invención en el que la separación de las láminas del óxido de grafeno de la etapa d), se lleva a cabo mediante una técnica, a título ilustrativo y sin que limite el alcance de la invención, perteneciente al siguiente grupo:—exfoliación y choque térmico. Además, en este sentido el método descrito en esta solicitud de patente
 20 puede comprender la separación de las láminas del óxido de grafeno, acompañado de una reducción de grupos funcionales oxigenados, por ejemplo
 25

mediante tratamiento térmico del óxido del material sin exfoliar. Véanse por ejemplo la referencia US2009/0028777A1.

En una realización aún más preferida, la separación de las láminas del

óxido grafeno la etapa d) del método de la invención se lleva a cabo mediante la exfoliación de los óxidos preparados a partir de material pregrafítico, preferiblemente antracitas, preferentemente, mediante tratamiento en ultrasonidos. Preferiblemente, durante periodos comprendidos entre 60 minutos y ocho horas para producir el óxido de grafeno correspondiente.

El método de la invención permite obtener óxidos procedentes de antracita conteniendo preferentemente agrupaciones de 10-20 láminas con tamaños que varían entre los 500 nanómetros y las 20 micras, dependiendo preferentemente del material pregrafítico de partida. Mientras que los óxidos de grafeno se presentan preferentemente en forma de monocapa o bi-tri capas, todas ellas con una altura de capa que puede variar entre los 0,6 y 3 nanómetros. Las medidas del tamaño y agrupación de las láminas de óxido de grafeno y óxidos procedente de antracita se determinan preferentemente por microscopia de fuerza atómica (AFM). El análisis mediante espectroscopia reman determinó que las relaciones de intensidad obtenidas entre la banda que se asigna a la presencia de defectos en lámina -banda D- y la que se asigna a carbono tipo grafito -banda G- (relación denominada I_d/I_g) se sitúa entre los valores 0,9 y 1 dependiendo del material de que se trate (Green Deter, Johnson A. Catherine and Thomas Mark. Applications of Resonance Raman microprobe spectroscopy to the characterization of coals and cokes. Fuel, 1983, 62, 1013-1023). El número de átomos de oxígeno por cada 100 átomos de carbono en cada material se sitúa preferentemente entre los 17 y 24 átomos. El oxígeno remanente en lámina está preferentemente formando parte de grupos funcionales tipo alcohol, epoxi y ácidos en proporciones variables según la muestra de la que se trate y que han sido determinadas mediante espectroscopia fotónica de rayos X (XPS). Los valores mencionados para esos materiales se sitúan en el orden de los presentados por óxidos de grafito y óxidos de grafeno preparados a partir de grafitos y materiales grafiticos.

Otra realización particular de la invención lo constituye el método de la invención donde el material pregrafítico es antracita y el producto obtenido es óxido de grafeno. Este óxido de grafeno se obtiene tras las etapas a), b), c) y d).

Otro objeto particular de la invención lo constituye, el método de la invención

en el que la etapa e) de Obtención de grafeno a partir del óxido grafeno de d) se lleva a cabo mediante una técnica de reducción perteneciente, a título ilustrativo y sin que limite el alcance de la invención, al siguiente grupo: como reducción química, con hidrógeno, electroquímica y combinaciones de ellas. Véanse ejemplos de reducciones de óxidos de grafito y óxidos de grafeno en la 10 referencia W02011/016889A2.

Una realización particular de la invención lo constituye el método de la invención en el que la etapa e) obtención de grafeno consiste en una técnica de reducción térmica del óxido de grafeno en las siguientes condiciones:

- 10 i. temperatura en el rango de 800-1.500°C, preferentemente entre 800-1.000°C, o más preferentemente 1.000°C, con rampas de calentamiento en torno a los 1°C-30°C minutos', preferentemente 5°C por minuto;
- ii. tiempo de residencia a la temperatura final de entre 0 a 2 horas, preferentemente durante 1 hora, y
- 15 iii. bajo una atmósfera inerte como, por ejemplo, nitrógeno.

Además, podrían utilizarse en lugar de la atmósfera inerte mencionada otras condiciones de reacción como, por ejemplo, otros gases como argón o combinaciones de gases inertes con gases reductores como hidrógeno. Por otro lado, también pueden utilizarse un rango .s amplio de temperaturas, tiempos de 20 residencia o rampas de calentamiento. Ver por ejemplo la referencia US806696482.

El método descrito en esta solicitud de patente permite obtener, preferentemente, grafenos en forma de monocapas de altura entre 0,6-3,0 nanómetros determinado por AFM. El porcentaje de átomos de oxígeno por cada 25 100 átomos de carbono en el grafeno se sitúan preferentemente por debajo del 3% con grupos funcionales tipo pirona, calculado mediante análisis espectroscopia fotónica RX(XPS). Los valores obtenidos se sitúan en el orden de los presentados por grafenos preparados a partir de grafitos y materiales grafiticos.

30 Otro objeto de la invención lo constituye el producto obtenido mediante el

método de la invención, en adelante producto de la invención, donde el producto pertenece al siguiente grupo: un óxido del material pregrafítico de partida, óxido de grafeno Y grafeno.

Finalmente, otro objeto de la invención lo constituye el uso del producto de la invención para aplicaciones como, a título ilustrativo y sin que limite el alcance de la invención, las pertenecientes al siguiente grupo: catalizadores, dispositivos de imagen, de microelectrónica y de almacenamiento de energía. Otros ejemplos pueden identificarse utilizando, por ejemplo, las referencias Han D.L., Yan L.F., Chen W.F., A W. Preparation of chitosan/graphene oxide composite film with enhanced mechanical strength in the wet state. Carbohydr. Polym., 2011, 83, 65, 658 y González Z., Botas C., Alvarez P., Roldán S., Blanco C., Santamaria R., Granda M., Menendez R. Thermally reduced graphite oxide as positive electrode in vanadium redox flow batteries. Carbon, 2012, 50 (3), 828-834.

15 DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Figura 1.- Imagen de microscopía óptica realizada con luz polarizada de las antracitas utilizadas como precursores para la preparación de óxidos de antracita, óxidos de grafeno y grafenos mostrando la anisotropía, relacionada con los tamaños de los dominios pregrafíticos

20 Figura 2.- Imágenes de microscopía de fuerza atómica de derivados de una antracita comercial: a) óxido de antracita -OGfc-, b) perfil correspondiente a (a), c) óxido de grafeno -OGc- y d) perfil de la línea indicada en (c).

Figura 3.- Curvas de análisis termogravimétrico de los óxidos de grafeno obtenidos a partir de antracita comercial (OGc)

25 Figura 4.- Imágenes de microscopía electrónica de transmisión de los óxidos de grafeno obtenidos a partir de antracitas

Figura 5.- Imagen de microscopía electrónica de transmisión (TEM), de grafeno reducido térmicamente —TROGc- a partir de un óxido de grafeno antracítico.

Figura 6.- Imágenes de microscopía de fuerza atómica de un derivado de una antracita preparado a partir de una antracita carboquímica mediante exfoliación con NMP —Gex- a) imagen, b) perfil correspondiente.

Figura 7.- Espectro Raman de un derivado de una antracita preparada a partir de un

antracita mediante exfoliación con NMP -Gex-.

EJEMPLOS DE REALIZACIÓN

A continuación se describe una serie de ensayos realizados por los inventores, que son representativos de la efectividad del método de la invención para la utilización de materiales pregrafíticos para la preparación de grafeno, óxido de grafeno u óxido de materiales pregrafíticos. Estos ejemplos están ilustrados en las Figuras 1-4 y en las Tablas 1 y 2, y no deberían limitar la aplicación de la presente invención. la cual se define de acuerdo a las reivindicaciones correspondientes.

Ejemplo 1.- Utilización de antracita como material pregrafítico para la producción de su óxido y óxido de grafeno por vía química.

La antracita carboquímico utilizado como material pregrafítico de partida es comercial y se ha obtenido industrialmente a partir de derivados de alquitrán de hulla. Su composición elemental es 98.36% en carbono, 0,06% de hidrógeno, 0,88% de nitrógeno, 0,19% de azufre y 0,23% de oxígeno, y presenta un contenido en cenizas del 0,26% (Tabla 1). El espectro reman muestra una relación de ID/1G de 0,82 (Tabla 1). Mediante XRO se determinó que muestra una altura 10 interplanar de 4,19 nanómetros y con espacios interplanares de 0,34 nanómetros (Tabla 1). La microestructura cristalina del material pregrafítico se determinó mediante microscopía óptica de luz polarizada (Figura 1a) en la que se aprecia una estructura de dominios fluidos con temarios que pueden superar 1 cm de longitud y 50 micras de anchura.

La obtención del óxido de antracita a partir de antracita se realizó de la siguiente manera. En un matraz provisto de agitación magnética y a 0°C se adicionan 120 mililitros de ácido sulfúrico, 2,5 gramos del antracita molida y tamizada por debajo de 75 micras y 2,5 gramos de nitrato de sodio y se agita la mezcla durante 5 minutos. Una vez transcurrido el tiempo se adicionan lentamente 15,8

20 gramos de permanganato de potasio, se sube la temperatura a 35°C y se deja con agitación durante 3 horas. Posteriormente, se adicionan a la mezcla 500 mililitros de agua oxigenada al 3%, y se deja nuevamente bajo agitación a temperatura ambiente durante 1 hora. Una vez terminada la reacción se trasvasa la mezcla a sendos tubos de centrífuga y se centrifugan a 4.700 revoluciones por minuto durante 1 hora. Al sólido obtenido una vez decantado se adiciona agua destilada hasta completar el tubo de centrífuga y se repite el procedimiento de centrifugación anterior hasta

obtener un pH de la disolución decantada alrededor 6-7 (medido con papel indicador de pH). En ese momento se adiciona agua destilada y desionizada y se repite de nuevo el procedimiento de centrifugado.

El sólido así obtenido es el óxido proveniente de antracita y se denominó OGfc. Este sólido se caracterizó mediante distintas técnicas. El número de laminas apiladas y sus dimensiones se determinaron mediante AFM (Figura 2a, b). Se observa la formación de un material de dimensiones medias en torno a las 10-100 micras de longitud y 0,25 micras de ancho, constituido por 10-12 láminas apiladas (suponiendo un espesor de lámina *en torno a* los 1,3 nanómetros). Es interesante destacar la formación de estructuras tipo «aguja» que recuerdan a las estructuras microcristalinas observadas para esta antracita por microscopía óptica.

Para la obtención de óxido de grafeno el OGfc se sometió a un tratamiento con ultrasonidos a temperatura ambiente durante 60 minutos. Ese tiempo es el requerido para la separación de las láminas y formación del óxido de grafeno correspondiente, denominado OGc. Esto se confirma mediante AFM (Figura 2c,d), donde se observa la presencia mayoritaria de monolaminas de grafeno con tamaños superficiales que rondan la micra, y una altura de capa de 1,04,4 nanómetros, similar a otros óxidos de grafeno obtenidos a partir de grafitos.

El análisis de microscopia raman, mostrando un perfil semejante al de otros óxidos de grafeno, muestra la presencia de las dos bandas características del óxido de grafeno (banda de defectos D y banda de orden gráfico G), con una relación de intensidades entre ellas (I_d/I_g) de 0,93 (Tabla 2).

Mediante análisis termogravimétrico se determinaron las pérdidas de peso de grupos funcionales oxigenados (Figura 3) y se obtuvieron unos perfiles semejantes a los obtenidos para otros óxidos de grafeno. La caracterización de dichos grupos funcionales se realizó mediante XPS (Tabla 2). La relación C/O atómica calculada fue de 3,17. La deconvolución del espectro de alta resolución correspondiente al carbono C1s obtenida también por XPS (Tabla 2) muestra un contenido en C_{sp^2} de 48,17, mientras que los grupos funcionales oxigenados predominantes son C-OH (14,91%) y C(O)OH (14,39%).

Las imágenes de microscopia electrónica de Transmisión de OGc se muestran en la Figura 4a.

Ejemplo 2.- Reducción térmica de un óxido de grafeno obtenido a partir de un óxido de antracita.

En este ejemplo se utiliza como producto de partida un óxido de grafeno obtenido a partir de una antracita Oga, obtenido según el procedimiento descrito en en Ejemplo

1.

La reducción del óxido de antracita se realizó mediante un tratamiento térmico de la siguiente manera: 0.5 gramos de OGa se introducen en un horno tubular bajo una atmósfera inerte de nitrógeno y calientan hasta alcanzar una temperatura de 1000°C siguiendo una rampa de calentamiento de 5°C por minuto. Una vez alcanzada esta temperatura se mantiene durante 1 hora y se enfría a una temperatura ambiente para dar lugar al óxido de grafeno parcialmente reducido (grafeno) denominado TRGa. En la figura 5 se observa la imagen de TEM del mismo y se comprueba la estructura en forma de monocapa arrugada típica de grafenos reducidos térmicamente a partir de óxidos de grafeno comerciales.

La relación I_d/I_g calculada por raman para este TRGa es de 0.99 (tabla 2). La cuantificación d la relación atómica C/O para este grafeno reducido térmicamente a 1000°C, calculada mediante XPS (tabla 2) es de 11.80, lo que está de acuerdo con la eliminación de grupos funciones ocurrida debido a la descomposición de los mismos con la temperatura. La deconvolución del espectro C1 XPS muestra un contenido mayoritario de enlaces sp^2 , lo que demuestra la reconstrucción de la estructura gráfica dentro de la lámina, de manera análoga a lo obtenido en la reducción térmica de óxidos de grafeno a partir de grafitos

Ejemplo 3.-Utilización de antracita como materia prima para la producción de grafeno por exfoliación con disolvente.

La antracita utilizada como material de partida es la misma que la descrita en el ejemplo 1 (características descritas en la Tabla 1 y la Figura 1).

La obtención del grafeno a partir de antracita se realizó de la siguiente manera. En un matraz provisto de agitación magnética se introducen 50 miligramos de la antracita molida y tamizada por debajo de 75 micras y 100 mililitros de N-metil-pirrolidinona (NMP). La mezcla se sometió a un tratamiento con ultrasonidos a temperatura ambiente durante 2 horas. Ese tiempo es el requerido para la separación de las láminas y formación del grafeno exfoliado por disolvente que denominamos Gex. Una vez transcurrido ese tiempo se trasvasa la mezcla a sendos tubos de centrífuga y se centrifuga a 13.500 revoluciones por minuto durante 1 hora. El sólido obtenido se decanta y se repite el proceso de centrifugado 3 veces con 25 mililitros de NMP limpio

cada vez y eliminando el disolvente por decantación antes de la adición del nuevo disolvente. La operación se repite 3 veces más con isopropanol como disolvente en lugar de NMP. Al sólido obtenido se añaden 100 mililitros de isopropanol y la disolución se centrifuga a 3.500 revoluciones por minuto durante 5 minutos. El final sólido obtenido se desecha y la disolución se caracterizó mediante distintas técnicas.

El análisis de la muestra mediante AFM (Figura 6) confirma la exfoliación de la antracita y la formación de monoláminas. Es interesante destacar que la altura media de lámina es de 0,8 nanómetros, menor que las observadas para los óxidos de grafeno, y que se corresponden con las alturas de los grafenos exfoliados con disolvente a partir de grafito. Los tamaños medios de lámina se sitúan entre los 800 nanómetros y las 1,1 micras.

El análisis de microscopía Raman, mostrando un perfil semejante al de los grafenos, muestra la presencia de las dos bandas características (banda de defectos D y banda de orden gráfico G) (Fig. 10).

Tabla 1.- Datos de análisis elemental, raman y difracción de rayos X, correspondientes a la antracita de partida:

		Cqc
	C (%)	98,36
	H (%)	0,06
	N (%)	0,88
	S (%)	0,19
	O (%)	0,23
	Cenizas	0,26
ID/IG		0,82
Raman	$W_D(\text{cm}^{-1})$	1349
	$W_G(\text{cm}^{-1})$	1580
XRD	2θ	25,71
	$d_{002} \text{ (nm)}$	0,34
	$L_c \text{ (nm)}$	4,19

Tabla 2.- Relación de bandas D y G (Id/Ig) obtenidas a partir de los espectros de raman, y datos de XPS (incluyendo resultado de las deconvoluciones del pico de alta

resolución Cls) correspondiente a los óxidos de grafeno obtenidos a partir de antracita comercial (OGac)) y grafeno reducido térmicamente (TRGac).

	OGac	TRGac
ID/IG	0,93	0,99
Raman WD (CM-1)	1349	1342
WG(cm-1)	1588	1592
XPS O/O	3,17	11,80
Csp2 (%)	48,17	80.24
Csp3 (%)	15,03	14,03
G-OH (%)	14,91	5,43
C-O-C (%)	7,79	0,28
C(O) OH (%)	14,39	--

5

10

15

20

REIVINDICACIONES

1.- Método de obtención de grafeno que comprende el tratamiento de una antracita mediante su separación laminar a una temperatura inferior a 1.500°C, preferiblemente inferior a 1.200°C, más preferiblemente inferior a 1.000°C, donde la separación laminar se lleva a cabo mediante exfoliación, intercalación o choque térmico.

2 – Método, según la reivindicación 1, de obtención de un producto seleccionado del grupo, que consiste en óxido de antracita, óxido de grafeno y grafeno, caracterizado porque se inicia a partir de antracita, no utiliza temperaturas superiores a 1.000°C en ninguno de los pasos del método y porque comprende las siguientes etapas:

a) molienda o tamizado de la antracita hasta al menos un tamaño

de 100 micras (pm), preferentemente entre 70-100 micras (pm),

b) transformación oxidante de la antracita de a) en su óxido correspondiente,

c) separación y/o purificación del óxido sólido obtenido en la oxidación de la antracita de b),

d) obtención de óxido de grafeno a partir del óxido sólido obtenido en c), y

e) obtención de grafeno a partir del óxido de grafeno de d).

3.- Método según una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 11 caracterizado por que la etapa b) se lleva a cabo mediante una técnica perteneciente al siguiente grupo: tratamiento o reducción química, intercalación, choque térmico, exfoliación y reducción térmica de óxido de antracita y reducción con hidrógeno.

4.- Método según la reivindicación 3 caracterizado por que la etapa b) se lleva a cabo por exfoliación con solvente mediante tratamiento químico de los materiales pregrafíticos con relaciones en peso de antracita/nitrato de sodio/permanganato de potasio de entre 1/1/7 a 1/1/3 y volúmenes de reacción preferentes de un 20 vol % de ácido sulfúrico y un 80 vol% de agua oxigenada al 3%, o también un 20 vol % de ácido sulfúrico y un 8 vol% de agua oxigenada y 72% de agua destilada, de nuevo expresados respecto al volumen total de la reacción.

5.- Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 caracterizado por que la etapa c) se lleva a cabo mediante una técnica perteneciente al siguiente grupo: centrifugación de la mezcla obtenida de (b) a 4700 rpm preferentemente por 1 hora y posterior decantación del sobrenadante; ultracentrifugación a 13500 rpm por 5 minutos; o diálisis; en repetidas ocasiones hasta lograr un pH de solución entre 6 y 7.

6.- Método según la reivindicación 5 caracterizado por que la etapa (d) se lleva a cabo por medio de la separación de láminas mediante exfoliación con ultrasonidos.

7.- Método según una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6 caracterizado por que la etapa e) se lleva a cabo mediante una técnica de reducción del óxido de grafeno

perteneciente al siguiente grupo: reducción térmica, reducción química, reducción con hidrógeno, electroquímica y combinaciones de las anteriores.

8.- Método según la reivindicación 7 caracterizado por que la técnica de reducción es una reducción térmica del óxido de grafeno en las siguientes condiciones:

- 5 i.- temperatura en el rango de 800-1.500°C, preferentemente entre 800-1.000°C, o más preferentemente 1.000°C, con rampas de calentamiento en torno a los 1°C-30°C minutos⁻¹, preferentemente 5°C por minuto;
- ii.- tiempo de residencia a la temperatura final de entre 0 a 2 horas, preferentemente durante 1 hora, y
- 10 iii.- bajo una atmósfera inerte como, preferentemente, nitrógeno.

9.- Método según la reivindicación 7 caracterizado porque la técnica de reducción es una reducción química de la antracita por reducción química que comprende de las siguientes condiciones

- 15 i. Tratamiento de la antracita obtenida de la etapa (a) en solución de n-metil pirrolidona (NMP) con ultrasonidos durante 2 horas
- ii. Separación del sólido de la mezcla obtenida en la etapa i por centrifugación a 13500 rpm por 5 minutos, posterior decantación del líquido sobrenadante
- iii.- Purificación del grafeno por agregado de isopropanol al sólido obtenido de la etapa ii y posterior centrifugación a 3500 rpm por una hora, con posterior
- 20 agregado de isopropanol y repetición de la purificación.
- iv. Concentración del líquido obtenido después de la 4 purificación en la etapa iii

10.- Producto perteneciente al siguiente grupo: un óxido de la antracita de partida, óxido de grafeno o grafeno caracterizado por que se obtiene por un método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a la 9.

25

30

35 **RESUMEN**

Método de obtención de un producto seleccionado del grupo que consiste en óxido de antracita, óxido de grafeno y grafeno, caracterizado porque comprende transforma antracita en el producto sin tratamiento de grafitización. La transformación se logra por las etapas de molienda y tamizado a menos de 100µm, transformación de la antracita en su óxido correspondiente mediante técnicas de intercalación, choque térmico o exfoliación por solvente; específicamente este último, usando una solución de ácido sulfúrico, permanganato de potasio, nitrato sódico y peróxido de hidrógeno; separación y purificación del óxido por diálisis o centrifugación, específicamente esta última por agregado de agua destilada y desionizada y centrifugación a 3500 rpm por 1 hora con posterior decantación, en repetidas ocasiones hasta lograr un pH entre 6 y 7; separación de láminas del óxido de antracita para obtener óxido de grafeno mediante tratamiento con ultrasonidos por una hora; y reducción del óxido de grafeno por reducción química, reducción electroquímica o reducción térmica para obtención de grafeno. También el grafeno puede ser obtenido directamente de la antracita molida por tratamiento con ultrasonidos y n-metil pirrolidona (NMP) por dos horas y separación y purificación mediante ultracentrifugación a 13500 rpm por 5 minutos, haciendo agregados primero de NMP y luego de isopropanol. Cualquiera de los procesos resulta más económico y eficaz al evitar el proceso de grafitización y el uso de grafito natural y al usar temperaturas menores a 1000°C, además de ser fácilmente escalable para la producción industrial, por lo que es aplicable en la industria química, así como los productos del grupo tienen aplicación completa en diferentes campos de la óptica, electrónica, medicina y materiales.

	Espacio reservado para el adhesivo de radicación
---	--

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SOLICITUD DE PATENTE - NACIONAL

1	TIPO DE SOLICITUD	☒ Patente de invención		☐ Patente de Modelo de Utilidad	
2	TÍTULO DE LA INVENCIÓN (200 caracteres o espacios máximos)				
MÉTODO DE OBTENCIÓN DE ÓXIDO DE ANTRACITA, ÓXIDO DE GRAFENO O GRAFENO A PARTIR DE ANTRACITA Y PRODUCTOS OBTENIDOS POR DICHO MÉTODO					
3	CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL (CIP)				
4	SOLICITANTE (S) ☒ Esta persona también es inventor. Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria				
APELLIDOS O RAZÓN SOCIAL		NOMBRE		IDENTIFICACIÓN	TIPO
1 Mancebo Coloma		Pedro Martín		558855	C.E
5	DATOS DEL SOLICITANTE		NUPI (Número Único de Propiedad Industrial) _____		
DIRECCIÓN		CL 101 19A 33		No. TELÉFONO (+57) 3506576620	
CIUDAD		Bogotá D.C		CORREO ELECTRÓNICO pedromancebo@biopharmachemicals.es	
DEPARTAMENTO/ESTADO		Bogotá D.C.		NACIONALIDAD O LUGAR DE CONSTITUCIÓN Española	
PAÍS DE RESIDENCIA		Colombia			
6	INVENTOR (ES) Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria				
APELLIDOS		NOMBRES		NACIONALIDAD	
1.					
2.					
3.					
4.					
DIRECCIÓN DE CORREO ELECTRÓNICO :					
7	DATOS INVENTOR (ES) Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria				
PAÍS RESIDENCIA		DEPARTAMENTO/ESTADO		CIUDAD	DIRECCIÓN
1					
2					
3					
OTRO(S) SOLICITANTE(S) Y/O (OTRO(S)) INVENTOR(ES)					
☐ Los demás solicitantes y/o (demás) inventores se indican en hoja de información complementaria.					
8	☐ REPRESENTANTE LEGAL ☐ APODERADO				
APELLIDOS		NOMBRES		C.C .	T.P .
DIRECCIÓN				No. TELÉFONO	
CIUDAD				CORREO ELECTRÓNICO	
PAÍS				No. RADICACIÓN O PROTOCOLO DE PODER GENERAL	
9	DECLARACION(ES) DE PRIORIDAD ☐ SI ☐ NO				

	(33) PAÍS DE ORIGEN	CÓDIGO PAÍS	(31) NÚMERO	(32) FECHA (AAAA/MM/DD)
1.				
2.				
3.				

10	DECLARACIÓN SOBRE USO DE RECURSOS GENÉTICOS O BIOLÓGICOS	
<i>Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de recursos genéticos o biológicos de los que cualquiera de los países miembros de la Comunidad Andina es país de origen.</i> ☐ SI ☐ NO Nota: En caso afirmativo deberá anexar copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o número de registro, expedido por la Autoridad competente.		
11	DECLARACIÓN SOBRE USO DE CONOCIMIENTOS TRADICIONALES	
<i>Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de conocimientos tradicionales de comunidades indígenas, afroamericanas o locales de países miembros de la Comunidad Andina.</i> ☐ SI ☐ NO Nota: En caso afirmativo deberá anexar la licencia o autorización de uso de conocimiento tradicional, o certificado o número de registro.		
12	PARA PUBLICAR A PARTIR DE LA FECHA DE PRESENTACIÓN O DE LA PRIORIDAD INVOCADA:	
Si es Patente de Invención ☐ 6 meses ☐ 12 meses ☐ 18 meses ☐ Otro Cual:		Si es Patente de Modelo de Utilidad ☐ 6 meses ☐ 12 meses ☐ Otro Cual:
13	RESUMEN	
Método de obtención de un producto seleccionado del grupo que consiste en óxido de antracita, óxido de grafeno y grafeno, caracterizado porque comprende transforma antracita en el producto sin tratamiento de grafitización. La transformación se logra por las etapas de molienda y tamizado a menos de 100µm, transformación de la antracita en su óxido correspondiente mediante técnicas de intercalación, choque térmico o exfoliación por solvente; específicamente este último, usando una solución de ácido sulfúrico, permanganato de potasio, nitrato sódico y peróxido de hidrógeno; separación y purificación del óxido por diálisis o centrifugación, específicamente esta última por agregado de agua destilada y desionizada y centrifugación a 3500 rpm por 1 hora con posterior decantación, en repetidas ocasiones hasta lograr un pH entre 6 y 7; separación de láminas del óxido de antracita para obtener óxido de grafeno mediante tratamiento con ultrasonidos por una hora; y reducción del óxido de grafeno por reducción química, reducción electroquímica o reducción térmica para obtención de grafeno. También el grafeno puede ser obtenido directamente de la antracita molida por tratamiento con ultrasonidos y n-metil pirrolidona (NMP) por dos horas y separación y purificación mediante ultracentrifugación a 13500 rpm por 5 minutos, haciendo agregados primero de NMP y luego de isopropanol. Cualquiera de los procesos resulta más económico y eficaz al evitar el proceso de grafitización y el uso de grafito natural y al usar temperaturas menores a 1000°C, además de ser fácilmente escalable para la producción industrial, por lo que es aplicable en la industria química, así como los productos del grupo tienen aplicación completa en diferentes campos de la óptica, electrónica, medicina y materiales.		

14	FIGURA CARACTERISTICA		
15	COMPROBANTE DE PAGO O PAGO ELECTRÓNICO	Nº	Fecha
16	FIRMA DEL SOLICITANTE, DEL APODERADO O DEL REPRESENTANTE LEGAL <i>Junto a cada firma, indicar el nombre del firmante y su calidad (si tal calidad no es obvia al leer el petitorio)</i>		
17	DOCUMENTOS QUE ACOMPAÑAN LA SOLICITUD		
Documentación Técnica 1. ☒ Descripción N° de folios: 20 2. ☒ Reivindicaciones N° Reivindicaciones: 10 3. ☒ Dibujos y/o figuras N° folios: 8 4. ☒ Resumen. 5. ☐ Documento de Prioridad. 6. ☐ Traducción del documento de prioridad. 7. ☐ Certificado de depósito de material biológico si fuera el caso. 8. ☐ Listado de secuencias de nucleótidos y/o aminoácidos en forma digital si fuera el caso. 9. ☐ Arte final 12 x 12. 10. ☐ Anexo formato digital.		Documentación Jurídica 11. ☐ Poderes, si fuera el caso. 12. ☐ Documento que legalmente pruebe la cesión del inventor al solicitante o a su causante. 13. ☐ Copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o número de registro, si fuera el caso. 14. ☐ Copia de la licencia o autorización de conocimientos tradicionales, o Certificado o número de registro, si fuera el caso. 15. ☐ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud. 16. ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad. 17. ☐ Comprobante de pago por reivindicación adicional a 10.	

1	(12) TIPO DE SOLICITUD		NUMERO DE RADICACIÓN	
☐ Patente de invención ☐ Patente de Modelo de Utilidad				
			FECHA DE PRESENTACIÓN	
4	(71) SOLICITANTE (S)			
APELLIDOS O RAZÓN SOCIAL		NOMBRE	IDENTIFICACIÓN	TIPO
2.				
3.				
4.				
5	DATOS DEL SOLICITANTE			
PAÍS DE RESIDENCIA		DEPARTAMENTO/ESTADO	CIUDAD	DIRECCIÓN
2.				
3.				
4.				
TELÉFONO		FAX	E-MAIL	NACIONALIDAD
2.				
3.				
4.				
6	(72) INVENTOR (ES)			
APELLIDOS		NOMBRE	NACIONALIDAD	
6.				
7.				
8.				
9.				
10.				
11.				
12.				
7	DATOS INVENTOR (ES)			
DIRECCIÓN		CIUDAD	DEPARTAMENTO/ESTADO	PAÍS RESIDENCIA
6.				
7.				
8.				
9.				
10.				
11.				
12.				
9	(30) DECLARACIONES DE PRIORIDAD			
PAÍS DE ORIGEN		CÓDIGO PAÍS	NÚMERO	FECHA (AAAA/MM/DD)
4.				
5.				
6.				
7.				
8.				
9.				
10.				

CÓMO DILIGENCIAR EL PETITORIO

1. TIPO DE SOLICITUD
Marcar en la casilla correspondiente si se trata de una solicitud de Patente de Invención o de Patente de Modelo de Utilidad. Únicamente se acepta una opción por cada solicitud.
2. TÍTULO DE LA INVENCIÓN
Defina en forma breve y precisa el nombre técnico de la invención que deberá ser congruente con las reivindicaciones y la descripción. El título no debe referirse a marcas ni nombres comerciales. Máximo 200 caracteres.
3. CIP (Clasificación Internacional de Patentes)
Este espacio se deja en blanco para ser llenado por la entidad.
4. SOLICITANTE (S)
Si existieran más solicitantes, utilícese las hojas de información complementaria.
- Apellidos o Razón Social.
En el caso de ser el solicitante una persona natural, indíquese los dos apellidos.
En el caso de ser el solicitante una persona jurídica indíquese la razón social completa de ésta.
- Nombre.
Lléñese únicamente para personas naturales.
- Identificación.
Solo para solicitantes nacionales: Las personas naturales indicarán su C.C. (cédula de ciudadanía) y las personas jurídicas indicarán el NIT (Número de Identificación Tributaria).
- Tipo de solicitante.
Las personas jurídicas habrán de contestar con un dígito: [1] Microempresa: menos de 10 trabajadores, activos totales inferiores a 501 salarios mínimos legales vigentes. [2] Pequeña empresa. Entre 11 y 50 trabajadores, activos totales mayores a 501 y menores a 5.001 salarios mínimos mensuales vigentes. [3] Mediana empresa: personal entre 51 y 200 trabajadores, activos totales entre 5.001 y 15.000 salarios mínimos mensuales legales vigentes. [4] La empresa no es PYME. Si la persona jurídica no es empresa, indicar [5] Institución educativa (universidad, colegio, instituto, etc.). [6] Centro de investigación. [7] Si es persona natural.
5. DATOS DEL SOLICITANTE
Los datos indicados en esta sección, servirán para las posibles comunicaciones que la SIC realice, en caso de que la tramitación no se haga por intermedio de un representante o apoderado, y/o para la identificación de los usuarios de Propiedad Industrial
- NUPI Número Único de Propiedad Industrial
- Dirección, ciudad, departamento/estado/provincia y país de residencia.
Indíquese los datos completos de localización. Puede utilizar abreviatura del país (código de País según norma ST. 3 de OMPI). En caso de ser necesario, por falta de espacio, utilice las hojas de información complementarias.
- Nacionalidad.
Indíquese la nacionalidad del solicitante. En caso de ser una persona jurídica, indíquese el lugar de constitución. Puede utilizar abreviatura del país (código de País según norma ST. 3 de OMPI). En caso de ser necesario, por falta de espacio, utilice las hojas de información complementarias.
e-mail: Indicar claramente el correo electrónico con el fin de establecer comunicación.
6. INVENTOR(ES) Indicar Apellidos, nombre y nacionalidad del inventor o inventores (deben ser personas naturales) en las casillas correspondientes. En caso de ser necesario, por falta de espacio, utilice las hojas de información complementarias.
7. DATOS DE LOS INVENTORES
- Dirección, ciudad, departamento/estado/provincia y país de residencia.
Indicar los datos completos de localización. Puede utilizar abreviatura del país (código de País según norma ST. 3 de OMPI).
8. REPRESENTANTE O APODERADO
Si la solicitud la presenta una persona natural sin apoderado, no debe diligenciarse esta sección.
Si la solicitud la presenta una persona jurídica sin apoderado, debe diligenciarse esta sección indicando el nombre del representante legal.
Si la solicitud se presenta a través de apoderado, debe diligenciarse esta sección indicando el nombre del abogado que adelantará la actuación administrativa. Deberá anexarse el poder.
Número de Radicación / Protocolo: En caso de haber presentado poder general y tiene un número asignado este debe citarse.

9. DECLARACIÓN(ES) DE PRIORIDAD
Si el solicitante ha presentado inicialmente una solicitud de patente en otro país para la misma invención, puede reclamar o reivindicar prioridad de esa solicitud, siempre y cuando la presentación en Colombia se haga dentro del año siguiente a la primera presentación.
- País de origen.
Indique el país donde se presentó por primera vez la solicitud. Puede utilizar abreviatura del país (código de País según norma ST. 3 de OMPI).
- Número.
Indique el número asignado a la solicitud en el país del que se reivindica prioridad.
- Fecha (AAAA/MM/DD).
Indique la fecha de solicitud en el país del que se reivindica prioridad.
En caso de ser necesario, por falta de espacio, utilice las hojas de información complementarias.
10. DECLARACIÓN SOBRE USO DE RECURSOS GENÉTICOS O BIOLÓGICOS
Marcar "SI" cuando la invención fue desarrollada a partir de recursos genéticos o recursos biológicos de los que cualesquiera de los países miembros de la Comunidad Andina (Bolivia, Colombia, Ecuador y Perú) es país de origen y anexar el contrato de acceso emitido por la Autoridad Nacional Competente (Ministerio del Medio Ambiente para Colombia)
11. DECLARACIÓN SOBRE USO DE CONOCIMIENTOS TRADICIONALES
Si la invención fue desarrollada usando conocimiento tradicional asociado a recursos genéticos o recursos biológicos de comunidades indígenas, afro descendientes o locales de países miembros de la Comunidad Andina, debe anexar la licencia o autorización de uso de conocimiento tradicional emitido por la comunidad.
12. FECHA DE PUBLICACIÓN DE LA SOLICITUD
Indique el tiempo en el que se desea que se publique la solicitud, teniendo en cuenta el tipo de solicitud presentada. Si selecciona la casilla "otro" indicar el tiempo en el cual quiere que se publique la solicitud. Si no se selecciona ninguna, la SIC la publicará 18 meses después de la fecha de presentación o de prioridad de la solicitud para las patentes de invención y 12 meses para las patentes de modelo de utilidad.
13. RESUMEN
Consistirá en una síntesis de la divulgación técnica contenida en la solicitud de patente, redactado en forma clara, tan conciso como la divulgación lo permita, preferentemente de 50 a 150 palabras, de tal manera que pueda servir de instrumento eficaz de consulta a los fines de búsqueda en la técnica concreta, no tendrá efecto alguno para interpretar el alcance de la protección conferida por la patente.
14. FIGURA CARACTERISTICA. Cuando fuese necesario
15. COMPROBANTE DE PAGO O PAGO ELECTRÓNICO
Indique el número y fecha del recibo de pago de la tasa establecida o del pago electrónico. El comprobante de pago deberá anexarse.
16. FIRMA
Escribir el nombre completo y la firma de la persona que solicita la concesión de la patente.
Si se actúa a través de abogado la firma deberá ser la del apoderado; si actúa directamente una persona jurídica la firma deberá ser la del representante legal y si actúa directamente una persona natural ésta deberá firmar la solicitud.
17. DOCUMENTOS QUE ACOMPAÑAN LA SOLICITUD
La documentación de la solicitud deberá presentarse en el orden que viene la relación de documentos, primero la documentación técnica y luego la documentación jurídica.
Señale en las casillas correspondientes a los documentos que acompañarán la solicitud e indíquese los números de folios y el número de reivindicaciones que correspondan.

OTROS : LISTADO SE SECUENCIAS
Si la solicitud contiene listado de secuencias aminoácidos y/o secuencias nucleótidos, estas deben suministrarse también en formato digital CD o DVD con listado de secuencias en archivo de texto alfanumérico (.txt)

