

DOCTOR
JOSÉ LUIS SALAZAR LÓPEZ
DIRECTOR NUEVAS CREACIONES
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
E. S. D.

REF. EXPEDIENTE No.: NC2016/0000735
SOLICITUD DE PROCESO PARA LA PRODUCCIÓN DE
PATENTE: BIODIESEL-BIOJET MEDIANTE
TRATAMIENTOS TÉRMICOS Y
TRANSESTERIFICACIÓN
SUPERCRÍTICA A PARTIR DE
BIOMASA
SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE LA SALLE

RESPUESTA A REQUERIMIENTOS OFICIAL **OFICIO NO. 12573**
NOTIFICADO EL 19 DE OCTUBRE DE 2018.

CLAUDIA LUCIA CARO RAMIREZ, mayor de edad, domiciliada en Bogotá D.C., identificada con cedula No 40.017.374, en mi condición de apoderada del solicitante **UNIVERSIDAD DE LA SALLE.**, por el presente escrito y estando dentro del término legal para hacerlo, doy respuesta al oficio arriba referenciado, de acuerdo con lo siguiente:

En respuesta al oficio No. 12573, a continuación, encuentran:

- i. Respuesta a los puntos del requerimiento
 - Respuesta punto por punto a los requerimientos del examinador.
 - Un resumen de los cambios efectuados a las reivindicaciones.
- ii. Adjunto a este memorial se presenta:
 - Nuevo capítulo reivindicatorio. Con control de cambios y en limpio.

De la solicitud de patente

Falta de claridad

- El examinador objeta el término “composición mayoritaria” de la reivindicación 2 porque considera que el término es impreciso y no permite distinguir la invención del estado de la técnica, el examinador sugiere sustituir el termino objetado por un termino preciso o un rango concreto.

El solicitante siguiendo las recomendaciones del examinador ha definido un rango concreto de concentración de trioleina.

- El examinador objeta el término “baño isotérmico” de la reivindicación 3 ya que considera que este es un término general que abarca una extensa gama de posibilidades sugiriendo de forma imprecisa la protección.

El solicitante quisiera manifestar su desacuerdo con la objeción realizada ya que es claro que, un baño isotérmico busca definir un dispositivo que permite mantener la temperatura estable del sistema de reacción. Si el reactor tubular que se describe en la invención, no estuviera en un baño isotérmico, conservar las condiciones supercríticas de reacción sería casi imposible.

- El examinador objeta el término “resistencias eléctricas” de la reivindicación 3 ya que considera que este es un término general que abarca una extensa gama de posibilidades sugiriendo de forma imprecisa la protección.

El solicitante ha modificado la redacción de la reivindicación 3 con el fin de aclarar que las resistencias eléctricas y los otros sistemas allí descritos buscan mantener constante la temperatura de reacción a las condiciones supercríticas.

- El examinador objeta los términos “destilación simple, destilación fraccionada o destilación al vacío” de la reivindicación 5 ya que considera que estos términos son generales y abarcan una extensa gama de posibilidades sugiriendo de forma imprecisa la protección.

El solicitante ha restringido el punto de corte de las destilaciones con el fin de acotar las características técnicas de los procesos descritos. Adicionalmente ha eliminado la destilación al vacío como una de las posibilidades.

- El examinador solicita corregir los siguientes errores tipográficos:

Reivindicación 1, “trasnsesterificar”

Reivindicación 2, “triolenia”

El solicitante siguiendo las recomendaciones del examinador ha corregido los errores tipográficos.

- El examinador objeta la reivindicación 1 porque al final menciona que la reacción se lleva a cabo a condiciones supercríticas cuando ya en el preámbulo y apartados superiores se ha limitado a transesterificación supercrítica a temperaturas entre 400 y 460°C y presión entre 14 y 20 MPa.

El solicitante ha eliminado el extracto “en donde el paso d) de transesterificación se lleva a cabo bajo condiciones supercríticas para el alcohol” del literal f con el fin de evitar repetir condiciones que se han descrito anteriormente.

Descripción

El examinador objeta la descripción porque en su criterio no se presentan pruebas de la eficiencia del proceso en cuanto por ejemplo a conversión o selectividad.

El solicitante quisiera manifestar que la eficiencia del proceso no es la característica que lo hace novedoso o que le aporta nivel inventivo a la presente invención. En este caso, y como se demostrará mas adelante los elementos diferenciadores, que aportan novedad y nivel inventivo son el uso de etanol acuoso, relaciones molares bajas de etanol y materia grasa seleccionada (aceite de palma crudo o sebo vacuno o grasa de pollo o aceite usado de cocina), uso de sebo vacuno o grasa de pollo, uso de aceite de cocina usado y la descripción de una etapa de precalentamiento realizada a 350°C.

El solicitante con el fin de aportar evidencia sobre la efectividad del proceso describe a continuación ejemplos complementarios y adicionales a los que ya hacen parte de la memoria descriptiva.

Con respecto al ejemplo 1 que se encuentra en la memoria descriptiva el solicitante quisiera complementar explicando los siguiente:

Con las condiciones descritas en el ejemplo 1 se obtiene una conversión de los triglicéridos del aceite de palma y del glicerol formado durante la reacción de transesterificación, mayor al 99.5%, de acuerdo con las mediciones por medio de cromatografía de gases de glicerol libre y unido en el efluente del reactor. Así mismo, el efluente del reactor es una fase liquida homogénea, no dos fases como usualmente ocurre en el proceso convencional de producción de biodiesel en el cual el glicerol es insoluble con el biodiesel, y no hay sólidos, lo cual indica que no hay triglicéridos sin reaccionar.

En una reacción de transesterificación a partir de aceite usado de cocina con etanol acuoso 80 % v/v, alimentados al reactor a una temperatura de 420 °C, presión de 20.68 MPa y una relación molar entre alcohol a triglicéridos de 15:1. El tiempo de residencia en el reactor es del orden de 12 minutos. A estas condiciones se obtuvo una conversión de los triglicéridos del aceite usado de cocina y del glicerol formado durante la reacción de transesterificación mayor al 99 %, de acuerdo con las mediciones por medio de cromatografía de gases de glicerol libre y unido en el efluente del reactor. El efluente del reactor es sometido a destilación, tomando como fase ligera todo lo que se destile a temperaturas de máximo 300 °C. Se obtiene 40% en volumen de fase ligera, que por tener un rango de ebullición similar al jet fuel comercial se puede denominar biojet, y la fase pesada con puntos de ebullición mayores a 300 °C, compuestos por etil esteres o biodiesel.

Adicionalmente en una reacción de transesterificación a partir de sebo vacuno con etanol acuoso 90 % v/v, alimentados al reactor a una temperatura de 460 °C, presión de 20.68 MPa y una relación molar entre alcohol a triglicéridos de 12:1, entrega un tiempo de residencia en el reactor del orden de 20 minutos. A estas condiciones se obtiene una conversión de los triglicéridos del sebo

vacuno y del glicerol formado durante la reacción de transesterificación mayor al 99 %, de acuerdo con las mediciones por medio de cromatografía de gases de glicerol libre y unido en el efluente del reactor. El efluente del reactor no presenta fase sólida, indicando una completa conversión del sebo vacuno, solido a temperatura ambiente. El efluente del reactor es sometido a destilación, tomando como fase ligera todo lo que se destile a temperaturas máximo de 300 °C. Se obtiene 20% en volumen de fase ligera, que por tener un rango de ebullición similar al jet fuel comercial se puede denominar biojet, y la fase pesada con puntos de ebullición mayores a 300 °C, compuestos por etil esteres o biodiesel. Debido a la mayor estabilidad de los triglicéridos saturados que forman el sebo, con respecto a la composición del aceite crudo de palma o aceite usado, el contenido de fase ligera o biojet que puede obtenerse es menor que el que se obtiene del aceite usado o aceite crudo de palma.

Para el solicitante es claro entonces que el proceso de producción de biodiesel a partir de biomasa mediante tratamientos términos y transesterificación supercrítica es eficiente.

1. Determinación del Estado de la Técnica:

Como resultado del segundo examen de patentabilidad el examinador encontró los siguientes documentos relevantes:

Ítem	Documento	Título	Fecha de publicación
D3	Art. 1	“Continuous Production of Biodiesel via Transesterification from Vegetable Oils in Supercritical Methanol”	03/abril/2001
D4	Art. 2	“Integrated multistage supercritical technology to produce high quality vegetable oil and biofuels”	31/agosto/2006

2. Examen de patentabilidad.

Nivel Inventivo.

En primer lugar, me permito indicar que el artículo 18 de la Decisión 486 establece que “*Se considerará que una invención tiene nivel inventivo, si para una persona del oficio normalmente versada en la materia técnica correspondiente, esa invención no hubiese resultado obvia ni se hubiese derivado de manera evidente del estado de la técnica.*”.

El examinador realiza la comparación de la reivindicación 1 con la materia revelada por los documentos D3 y D4. De esta comparación no es claro que se revelen todas las características técnicas de la reivindicación 1. Para el solicitante es claro que los documentos no mencionan las siguientes características técnicas de la reivindicación 1 de la presente solicitud:

1. Corriente de reacción compuesta de etanol al 80% v/v.
2. Uso de sebo vacuno o grasa de pollo.
3. Uso de Aceite de cocina usado.
4. No se evidencia el uso del rango de presión inferior de 13.78 MPa.
5. Etapa de precalentamiento a 350°C.
6. Uso de etanol al 80% v/v en relaciones molares de 6:1 a 15:1, la relación que se especifica es de metanol (D3). El D4 no revela relaciones molares inferiores de 24:1 lo que no cubre el intervalo revelado por la presente invención de 6:1 a 23:1

El examinador menciona que el documento D3 no menciona las siguientes características que hacen parte de la reivindicación 1 de la presente solicitud:

1. El precalentamiento se hace a una temperatura de 350°C.
2. Una temperatura mínima de transesterificación de 400°C.
3. Ni la temperatura de enfriamiento a 25°C ni la etapa final de destilación del producto obtenido.

El solicitante quisiera manifestar su desacuerdo con las diferencias planteadas por el examinador toda vez que, como se demostró anteriormente existen al menos 5 diferencias que el examinador no ha tenido en cuenta en el momento de identificar las diferencias de la presente invención con el Documento D3.

El solicitante quisiera aclarar que la presente solicitud describe un proceso alternativo que se realiza a mayor temperatura y con etanol acuoso en porcentajes en volumen desde 80 a 100% en etanol. Se evidencia un efecto inesperado no descrito en D3 el cual es la ocurrencia de reacciones de descomposición que dan lugar a otro tipo de compuestos diferentes a los ésteres del biodiesel pero que, pueden usarse igualmente como combustibles.

Así mismo, el uso del agua acelera la velocidad de reacción, y al usarse etanol en lugar de metanol no es necesario retirar el exceso de alcohol ya que a diferencia del metanol el etanol no es tóxico. Finalmente, la mezcla de reacción resultante compuesta por biodiesel, etanol, agua y productos de descomposición de étil ésteres y glicerol pueden usarse como biocombustible, ya que estructuralmente son los mismos compuestos que se encuentran en el diésel convencional o pueden separarse por destilación en diferentes fracciones, siendo este último paso opcional.

En el documento D3 se hace uso de metanol anhidro para la reacción de transesterificación. Cuando se usan relaciones molares de metanol mayor a 3:1 el exceso debe removerse al final del proceso debido a la toxicidad del metanol. Cuando se usa etanol no es necesario removerlo, ya que el etanol en si se usa como biocombustible. En Colombia actualmente no se produce metanol, por lo que el desarrollo de un proceso de producción de biocombustible como bioetanol proveniente de caña de azúcar presenta ventajas tanto económicas como ambientales.

Sin embargo, el uso de etanol anhidro no hace mucho por mejorar la economía del proceso, debido a su alto costo, por lo que es más conveniente el uso de etanol sin rectificar o sea etanol con contenidos de agua que pueden ir desde el 80% en volumen en adelante, conocido como alcohol industrial o primera destilación, con un costo significativamente inferior al etanol anhidro.

Cuando se usa etanol acuoso en la reacción, se tienen varias ventajas: una estabilidad oxidativa más alta, mejor lubricidad, puntos de niebla más bajos, así como una mayor productividad debido al átomo de carbono extra en comparación con el metanol. Así mismo, se han reportado mejores perfiles de emisiones gaseosas y desempeño de motores cuando se usan mezclas biocombustible-etanol-agua.

El uso del agua no es fortuito. La presencia de la misma muestra un incremento de la velocidad de reacción. Su uso en mezclas con etanol ofrece alternativas de proceso más rentables, sobre todo en el contexto colombiano.

Por otro lado en el D4 no se menciona el uso de etanol acuoso, por lo que los resultados allí presentados no tienen en cuenta el efecto en la velocidad de reacción. Una persona versada en la materia no consideraría el uso de alcohol acuoso en la reacción de transesterificación, ya que tradicionalmente esta reacción se realiza con metanol, y la inclusión de agua dificultaría la separación del metanol en exceso al finalizar el proceso.

Si bien se menciona la utilización de destilación tanto en el D3 como en el D4, en ambos casos tiene como finalidad separar el biodiesel producido del exceso de metanol sin reaccionar o de otros productos de descomposición indeseados. En el proceso propuesto, lo más deseable es producir la mezcla biocombustible-etanol-agua y usarla en esta forma sin separación. Alternativamente, su separación por medio de destilación permitiría obtener, por ejemplo, un biocombustible en el rango de ebullición del jet-fuel, y un combustible tipo biodiesel. Esto se señala más como ventaja que como parte del proceso propiamente.

De acuerdo a los argumentos planteados anteriormente es claro para el solicitante que las características técnicas que hacen parte de la reivindicación 1 de la presente invención no han sido reveladas ni por el D3 ni el D4 y la combinación de la materia revelada en ambos documentos conduce de forma alguna a la materia revelada en la presente invención.

En cuanto a la reivindicación 3, el solicitante quisiera aclarar que esta es una característica que permite llevar a cabo la invención y sin su inclusión no se podría llevar a cabo la reacción de transesterificación. Se entiende que es el reactor tubular es un elemento necesario para que la invención como conjunto funcione.

En cuanto a la reivindicación 4, el solicitante quisiera aclarar que esta es una condición en la cual se lleva la reacción y su inclusión complementa las características técnicas de la reivindicación 1. Se entiende que es un elemento complementario de la presente invención.

En cuanto a la reivindicación 5, el solicitante quisiera aclarar que esta es una característica opcional de la invención y como se menciono anteriormente esta es solo un procesó complementario, ya que, por las características del proceso, lo más deseable es producir la mezcla biocombustible-etanol-agua y usarla en esta forma sin separación.

Resumen de los cambios efectuados a las reivindicaciones.

Reivindicación 1: Se modificó la redacción.

Reivindicación 2: Se ajustó la redacción.

Reivindicación 3: Se ajustó la redacción.

Reivindicación 5: Se ajustó la redacción.

Las correcciones realizadas a las reivindicaciones no añaden materia más allá de lo originalmente descrito en la solicitud como se presentó, ni modifican el área técnica de estudio.

Por todo lo dicho, solicitamos que la Superintendencia de Industria y Comercio admita las modificaciones y los argumentos que se han facilitado y los tenga en cuenta a la hora de analizar la novedad y el nivel inventivo de la presente invención. Asimismo, solicitamos que continúe el trámite con normalidad y se proceda con la concesión del Derecho sobre la Patente de la referencia.

Para efectos de notificaciones recibiré estas vía internet (ccaro@pons.com.co), en la secretaría de esa dirección y/o en la de la Delegatura de Propiedad Intelectual o en mi oficina de abogados de la Calle 94 A No 11A-32 Oficina 306 de la ciudad de Bogotá.

Agradezco su atención.



CLAUDIA LUCIA CARO RAMIREZ

CC No 40.017.374 de Tunja

T.P. No 36.448 del C.S de la J.

Adjunto lo anunciado.

Capítulo reivindicatorio con control de cambios

1- Proceso para la producción de biodiesel a partir de biomasa mediante tratamientos térmicos y transesterificación supercrítica, que comprende las etapas de:

- a. Transportar desde tanques de almacenamiento (1) (2) separados, una corriente compuesta de ~~metanol~~ etanol al 80% v/v (en agua) ~~o etanol anhidro o etanol al 80% v/v~~ y una corriente compuesta por aceite de palma crudo o sebo vacuno o grasa de pollo o aceite usado de cocina o una combinación de los mismos por medio de bombas de alta presión (3) (4) con presiones entre 13,78 - 20,68 MPa;
- b. Calentar las líneas que transportan el alcohol y la corriente de triglicéridos en un horno precalentador (5) que eleva la temperatura hasta 350°C;
- c. Mezclar a la entrada del reactor tubular (11) las corrientes de alcohol y triglicéridos en relación molar de 6:1 hasta ~~50:1~~ 15:1;
- d. Transesterificar la mezcla del paso c) a una temperatura de entre 400 - 460 °C y una presión de entre 13.78 MPa a 20.68 MPa
- e. Enfriar a 25 °C el producto de la reacción del paso d) en un intercambiador de calor enfriado con agua; y
- f. Destilar el producto obtenido en el paso e); ~~en donde el paso d) de transesterificación se lleva a cabo bajo condiciones supercríticas para el alcohol;~~ a una temperatura de 300°C y una presión de 6 a 8 MPA.

2- Proceso para la producción de biodiesel a partir de biomasa mediante tratamientos térmicos y transesterificación supercrítica de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla de triglicéridos tiene una composición entre 25 % a 50 % de trioleína.

3- Proceso para la producción de biodiesel a partir de biomasa mediante tratamientos térmicos y transesterificación supercrítica de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el reactor es un reactor tubular, el cual está inmerso en un horno aislado térmicamente, baño isotérmico, o rodeado de resistencias eléctricas, que mantienen constante la temperatura de reacción.

4- Proceso para la producción de biodiesel a partir de biomasa mediante tratamientos térmicos y transesterificación supercrítica de acuerdo con la reivindicación 1 donde el tiempo de residencia en el reactor tubular (11) se encuentra entre 8 a 60 minutos

5- Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de destilación del producto se realiza mediante destilación simple, ~~o destilación fraccionada o destilación al vacío~~ con punto de corte a 300°C.

Capítulo reivindicatorio en limpio

1- Proceso para la producción de biodiesel a partir de biomasa mediante tratamientos térmicos y transesterificación supercrítica, que comprende las etapas de:

- a. Transportar desde tanques de almacenamiento (1) (2) separados, una corriente compuesta de etanol al 80% v/v (en agua) y una corriente compuesta por aceite de palma crudo o sebo vacuno o grasa de pollo o aceite usado de cocina o una combinación de los mismos por medio de bombas de alta presión (3) (4) con presiones entre 13,78 - 20,68 MPa;
- b. Calentar las líneas que transportan el alcohol y la corriente de triglicéridos en un horno precalentador (5) que eleva la temperatura hasta 350°C;
- c. Mezclar a la entrada del reactor tubular (11) las corrientes de alcohol y triglicéridos en relación molar de 6:1 hasta 15:1;
- d. Transesterificar la mezcla del paso c) a una temperatura de entre 400 - 460 °C y una presión de entre 13.78 MPa a 20.68 MPa
- e. Enfriar a 25 °C el producto de la reacción del paso d) en un intercambiador de calor enfriado con agua; y
- g. Destilar el producto obtenido en el paso e) a una temperatura de 300°C y una presión de 6 a 8 MPA.

2- Proceso para la producción de biodiesel a partir de biomasa mediante tratamientos térmicos y transesterificación supercrítica de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla de triglicéridos tiene una composición entre 25 % a 50 % de trioleína.

3- Proceso para la producción de biodiesel a partir de biomasa mediante tratamientos térmicos y transesterificación supercrítica de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el reactor es un reactor tubular, el cual está inmerso en un horno aislado térmicamente, baño isotérmico, o rodeado de resistencias eléctricas, que mantienen constante la temperatura de reacción.

4- Proceso para la producción de biodiesel a partir de biomasa mediante tratamientos térmicos y transesterificación supercrítica de acuerdo con la reivindicación 1 donde el tiempo de residencia en el reactor tubular (11) se encuentra entre 8 a 60 minutos

5- Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa de destilación del producto se realiza mediante destilación simple o destilación fraccionada con punto de corte a 300°C.