

DOCTORA
MARÍA JOSÉ LAMUS BECERRA
DIRECTORA NUEVAS CREACIONES
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
E. S. D.

REF. EXPEDIENTE No.: NC2017/0007113
SOLICITUD DE PROCESO DE RECUPERACIÓN DE
PATENTE: CELULOSA A PARTIR DE DESECHOS
INDUSTRIALES QUE CONTIENEN
CELULOSA
SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE LA SALLE

RESPUESTA A REQUERIMIENTOS OFICIAL OFICIO NO. 15378.

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. 15378, 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 descriptivo. Con control de cambios y en limpio.
 - Nuevo capítulo reivindicatorio. Con control de cambios y en limpio.

1. De la solicitud de patente

Reivindicaciones.

- El examinador objeta la reivindicación 1 porque contiene los siguientes términos que son de carácter general y sugieren de forma imprecisa la protección. Los términos objetados son:

- “Dilución”,
- “Filtración”
- “Precipitación”
- “Acondicionado”

El solicitante quisiera aclarar que los términos objetados no son generales y se refieren a operaciones unitarias ampliamente conocidas por un experto en la materia, de acuerdo con esto, el solicitante no ha eliminado los términos objetados. Sin embargo, el solicitante ha redactado nuevamente la reivindicación 1 añadiendo las características técnicas de las reivindicaciones 3 a 14 con el fin de definir cada etapa del proceso de una manera adecuada, solventando así la objeción realizada.

- El examinador objeta la reivindicación 3 porque contiene el término general “mezcla” el cual sigue de forma imprecisa la protección.

El solicitante quisiera aclarar que el término objetado no es general y se refieren a la acción de mezclar los componentes que se definen en la reivindicación 1, de acuerdo con esto, el solicitante no ha eliminado el término objetado. Sin embargo, el solicitante ha introducido las características técnicas de la reivindicación 3 en la nueva reivindicación 1. Con esto el solicitante entiende que se ha subsanado la objeción realizada por el examinador.

- El examinador objeta la reivindicación 1 porque esta define un método, pero no posee características técnicas, el examinador solicita modificar la reivindicación 1 incluyendo las características en las reivindicaciones dependientes.

El solicitante siguiendo las recomendaciones del examinador ha modificado la reivindicación 1, la cual ahora, contiene todas las características técnicas de la invención y define de mejor manera la presente invención.

- El examinador objeta las reivindicaciones 9 y 12 porque las unidades de presión utilizadas no son Pascales.

Aunque las antiguas reivindicaciones 9 y 12 se han eliminado, el solicitante ha corregido las unidades de presión tanto en el capítulo descriptivo como en el capítulo reivindicatorio.

- El examinador objeta la reivindicación 2 porque esta no es clara al incluir la presencia de polímeros y metales en los desechos de celulosa. El examinador recomienda modificar el nombre desechos de celulosa por desechos industriales.

El solicitante quisiera manifestar su desacuerdo con la objeción planteada por el examinador toda vez que desechos industriales es un término mucho más general que desechos de celulosa lo cual ampliaría de forma innecesaria la protección que se busca. El término desechos industriales comprende un sin número de residuos, incluso residuos que pueden no

contener celulosa. El solicitante ha cambiado el término desechos de celulosa por desechos celulósicos industriales, es importante aclarar que los desechos celulósicos pueden contener los polímeros y metales que indica la reivindicación 2 ya que estos compuestos son parte de la fabricación de productos donde se generan estos desechos celulósicos industriales.

El examinador objeta las reivindicaciones 9, 10, 13 y 14 porque contiene las siguientes fases que son consideradas resultados a alcanzar y extienden la protección de manera inadecuada, el examinador sugiere reemplazar las frases objetadas por características técnicas que contribuyan a la obtención de ese efecto:

Reivindicación 9: “los productos de la etapa b) son por una parte una solución que contiene celulosa solubilizada en el líquido iónico y por otra parte los elementos plásticos y metálicos”

La reivindicación 9 se ha eliminado del capítulo reivindicatorio y aunque se mantiene el siguiente extracto en la nueva reivindicación 1 “*solución que contiene celulosa solubilizada en el líquido iónico y por otra parte los elementos plásticos y metálicos*” el solicitante entiende que este no es un resultado a alcanzar y el extracto que se mantiene, permite entender de mejor manera el proceso de separación que se está llevando a cabo.

Reivindicación 10 “hasta fin de basicidad”

Siguiendo las recomendaciones del examinador se ha eliminado la expresión objetada y se ha reemplazado por las características técnicas propias del acondicionado de los materiales plásticos y metálicos.

Reivindicación 13: “los productos de la filtración de la etapa d) son por una parte celulosa recuperada y por otra parte residuo sólido”.

La reivindicación 13 se ha eliminado del capítulo reivindicatorio y modificado la redacción incluyéndola en la reivindicación 1. En criterio del solicitante la redacción de la nueva reivindicación 1 no hace referencia a un resultado a alcanzar.

Reivindicaron 14: “hasta fin de acidez”

Siguiendo las recomendaciones del examinador se ha eliminado la expresión objetada y se ha reemplazado por las características técnicas propias del acondicionado de la celulosa.

- El examinador objeta la reivindicación 13 porque esta, incorrectamente depende la reivindicación 15 que no hace parte del capítulo descriptivo.

El solicitante ha eliminado la reivindicación 13 del capítulo reivindicatorio.

Descripción.

El examinador objeta la descripción porque las unidades de presión no se encuentran en Pascales y solicita hacer la corrección correspondiente.

El solicitante siguiendo las recomendaciones del examinador ha corregido las unidades de presión de milibares (mba) a Pascales (Pa).

2. Determinación del Estado de la Técnica:

Como resultado del examen de patentabilidad el examinador encontró el siguiente documento relevante:

Ítem	Documento	Título	Fecha de publicación
D1	WO2011077450	Process for delamination of laminated packaging	30/junio/2011

3. Examen de patentabilidad.

Nivel inventivo

El solicitante quisiera manifestar que la nueva reivindicación 1 cumple con el criterio de nivel inventivo toda vez que ni las características técnicas ni la materia reivindicada en la presente invención resultan obvias para una persona versada en la materia y tampoco se derivan de manera evidente del estado de la técnica (D1).

El D1 falla en describir las características técnicas de la presente invención. A continuación, se compararán las características técnicas de cada una de las etapas de la reivindicación 1 con la materia revelada por el D1 con el finde demostrar que la presente invención cumple con el criterio de nivel inventivo:

Nueva reivindicación 1:

Etapas a:

Disolver celulosa proveniente de los desechos utilizando:

un líquido de naturaleza iónica compuesto por una mezcla entre una base fuerte (NaOH - KOH) o la sal básica Na_2CO_3 y urea.

donde la base fuerte está compuesta por un grupo OH y un metal del grupo 1 escogido entre Na y K; donde la concentración de la base fuerte es de 3M a 7M, la concentración de la urea es 1M y la de sal básica es 1M; esta etapa;

un tiempo de disolución es de seis (6) a doce (12) horas;

una agitación constata de 100 rpm a 300 rpm.

De las anteriores características mencionadas el D1 únicamente menciona el uso de hidróxido de sodio (NaOH). El D1 es claro en especificar en varias ocasiones que la mezcla que utiliza para tratar empaques multi laminados es una mezcla de bases inorgánicas.

La presente invención se refiere a la recuperación de constituyentes de residuos de envases laminados multicapa. Más específicamente, se relaciona con el uso de una mezcla de bases inorgánicas [Parr.0001 D1]

Según la invención, los residuos de envases laminados multicapa a base de papel laminados con plástico y láminas delgadas de aluminio, ya sea en un lado o en ambos lados, se tratan con una mezcla de bases inorgánicas para recuperar los constituyentes. [Parr.00017 D1]

En una realización, los fragmentos de residuos triturados se pueden sumergir en una mezcla de bases inorgánicas. [Parr.00019 D1]

Aunque en la presente invención se utiliza hidróxido de sodio también se utiliza Urea, que en mezcla (urea - hidróxido de sodio) aumentan la solubilidad de la celulosa dejando libre el plástico que se encuentra en los desechos celulósicos industriales. El documento D1 únicamente menciona un procedimiento para separar las láminas que componen un material multilaminado pero dicho proceso no solubiliza la celulosa permitiendo reutilizarla (celulosa) en posteriores elaboraciones.

El solicitante quisiera resaltar que el líquido iónico utilizado en la presente invención es una combinación de base inorgánicas y una sustancia orgánica por lo que la naturaleza de este líquido iónico es completamente diferente a la mezcla de bases inorgánicas que se revelan el D1.

Aunque el D1 menciona que la agitación es importante no menciona los parámetros utilizados en la agitación.

Con respecto a el tiempo utilizado el método que plantea D1 este describe que para tratar residuos de papel toma de entre 24 a 48 horas [Par 00020 D1], mientras que el proceso descrito, en la presente invención, empieza a tener resultados desde las 6 horas en la etapa de disolución, lo cual resulta en una mejora sustancial en el proceso de obtención de celulosa. Es importante aclarar que parte de esta mejora se debe a la naturaleza del líquido iónico que se describió anteriormente.

Etapas b:

Filtrar la solución obtenida previamente donde el filtrado se realiza utilizando filtrado al vacío alcanzando una presión de 2000 Pa; en la filtración se obtiene una solución que contiene celulosa solubilizada en el líquido iónico y por otra parte los elementos plásticos y metálicos los cuales se acondicionan lavando con agua hasta a una temperatura de entre 18 °C a 25°C y hasta un pH de entre 7 a 7.5.

El D1 no menciona la etapa de filtración, como bien menciona el examinador en su análisis. En la nueva redacción se han incluido características técnicas de las reivindicaciones 8, 9 y 10 las cuales en criterio del examinador no se encontraban afectadas previamente por el D1.

Etapas c:

Precipitar la celulosa utilizando un ácido fuerte donde el ácido fuerte es seleccionado entre ácido fosfórico y ácido clorhídrico, de acuerdo a las siguientes etapas:

- a1. Adicionar ácido fuerte hasta alcanzar un pH de 3
- b1. Decantar por un tiempo de 1 hora a 2 horas.
- c1. Remover el sobrenadante y el precipitado (torta húmeda)
- d1. Filtración de solución obtenida en la etapa c1) utilizando filtrado al vacío alcanzando una presión de 2000 Pa; en la filtración se obtiene celulosa recuperada y residuos sólidos.

Con la nueva redacción de esta etapa, que consta en incluir las características técnicas de la antigua reivindicación 11, se han complementado las características técnicas de la etapa. El solicitante quisiera resaltar que el D1 no describe ninguna de las características técnicas presentes en la etapa de precipitación.

Etapas d:

Filtrar la solución obtenida en la etapa c1) utilizando filtrado al vacío alcanzando una presión de 2000 Pa; en la filtración se obtiene celulosa recuperada y residuos sólidos.

El D1 no menciona la etapa de filtración, la comparación que realiza el examinador de la materia revelada por D1 con la etapa de filtración mencionada es una propuesta que carece de características técnicas y radica en una simple especulación que no se prueba. La presente invención define el tipo de filtración que se debe utilizar y la presión de operación para que se pueda obtener la celulosa lista para ser acondicionada.

Etapas e:

Acondicionado de la celulosa comprende las etapas de:

- a2. Lavado con agua hasta un pH de entre 7 a 7.5;
- b2. Secado de la celulosa de alta pureza usando una temperatura de entre 40°C y 60 °C.

El proceso de acondicionamiento que describe el D1 carece de elementos técnicos plantea únicamente un lavado, pero no es claro cuánto debe durar este lavado o que parámetro se debe utilizar para saber si la celulosa es apta para su uso en posteriores aplicaciones. Para el solicitante es claro que el proceso de acondicionamiento de D1 dista en gran medida de proceso planteado en la presente invención.

A la luz de los argumentos expuestos es claro que la única diferencia del D1 con la presente invención no radica en el paso de la filtración que se describe en la etapa b.

El D1 no revela las siguientes características:

1. Un líquido de naturaleza iónica compuesto por una mezcla entre una base fuerte (NaOH - KOH) en concentración 3M a 7M o la sal básica Na_2CO_3 en concentración 1M y urea en concentración 1M
2. Etapa de filtración caracterizada por llevarse a cabo a presiones de vacío (2000 Pa).
3. Etapa de precipitado con ácido fosfórico o clorhídrico el cual se realiza hasta que el pH de la solución llegue a 3.
4. Etapa de acondicionado de la celulosa donde se definen los parámetros del lavado (pH final)

Estas diferencias nos permiten concluir que la presente invención cumple con el requisito de nivel inventivo toda vez que la invención no resulta obvia y menos, como se demostró anteriormente, la misma, no se deriva de manera evidente del estado de la técnica.

Resumen de los cambios efectuados a las reivindicaciones.

Reivindicación 1: Se modificó la redacción y se adicionaron características técnicas.

Reivindicación 2: Se modifico la redacción

Reivindicación 3: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 4: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 5: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 6: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 7: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 8: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 9: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 10: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 11: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 12: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 13: Se elimino esta reivindicación.

Reivindicación 14: Se elimino esta reivindicación.

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 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.



MADRID – BOGOTÁ – MEDELLÍN – SAN FRANCISCO – BRUSELAS – GUANGZHOU
BARCELONA – ALICANTE – SEVILLA – VALENCIA – VIGO – VITORIA – ZARAGOZA

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 descriptivo modificado. (Versión con control de cambios)

**PROCESO DE RECUPERACIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE
DESECHOS INDUSTRIALES QUE CONTIENEN CELULOSA**

DESCRIPCIÓN

OBJETO DE LA INVENCION

La presente invención se puede incluir dentro del sector de recuperación de celulosa. En particular, la presente invención tiene por objeto proponer un proceso que permita separar y recuperar celulosa a partir de desechos industriales utilizando un líquido de naturaleza iónica que contiene una base fuerte y urea.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

En general la fabricación de productos de consumo masivo se lleva a cabo en grandes plantas industriales donde son producidos en grandes cantidades. En el caso de la fabricación de productos de higiene, los cuales contienen celulosa, cuando las líneas de producción se ponen en operación se genera cierto residuo perdida de las materias primas de fabricación, se estima que la pérdida total asciende de entre 100 – 200 Ton/año/línea de fabricación¹.

Hasta el momento se han propuesto algunos métodos que permiten solubilizar la celulosa presente en diversos desechos, en general se describe el uso de diversos métodos dentro del cual está el tratamiento con líquidos iónicos. En el documento CN105970709A se describe un método para recuperar celulosa partiendo de papel impreso como residuo a tratar, el proceso describe las etapas de triturar y luego pulverizar el papel, seguido de una disolución del desecho en agua destilada, mediante filtración se recupera el papel húmedo y se trata con una mezcla de solventes orgánicos acetona, etanol y agua en una relación en volumen de 5:3:2, esta mezcla se vuelve a

¹http://ec.europa.eu/environment/life/project/Projects/index.cfm?fuseaction=search.dspPage&n_proj_id=1049&docType=pdf

lavar y filtrar se trata el residuo sólido con una solución de hidróxido de sodio, se repite el filtrado y lavado para obtener como producto final celulosa de una contracción de 98.2%. Este documento no describe la formulación del líquido iónico que se propone y el proceso difiere en gran medida del propuesto.

También se encuentra el documento US20160122496A1, el documento describe un método y un proceso industrial para recuperar materiales sin procesar de desechos que contienen papel mediante el uso de líquidos iónicos. El método implica recuperar la celulosa mediante el uso de líquidos iónicos únicamente. Los plásticos que pueda contener el desecho se recuperan de la materia prima mediante un proceso basado en disolvente. El líquido iónico usado para disolver la celulosa está compuesto por cationes de imidazolio, metilimidazolio y butilimidazolio y por compuestos aniónicos de cloro o bromo o un anión triflato del tipo ácido trifluorometanosulfónico.

En este sentido, es evidente que la industria actual necesita procedimientos que por un lado, les permitan recuperar celulosa para ser posteriormente utilizados en procesos productivos como materia prima y por otro lado sean una solución de bajo costo y fácil implementación.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

En un primer aspecto, la presente invención describe un proceso de recuperación de celulosa a partir de desechos industriales que contienen celulosa caracterizado por las siguientes etapas:

- a. Disolución de la celulosa proveniente de los desechos usando un líquido de naturaleza iónica²
- b. Filtración de la solución obtenida en la etapa a)
- c. Precipitación de la celulosa
- d. Filtración de solución obtenida en la etapa c)

² la expresión 'líquido de naturaleza iónica' se entiende en el contexto de la presente invención como un medio en estado líquido que contiene iones positivos y negativos disueltos

e. Acondicionamiento de la celulosa

En otra realización de la invención se refiere a que los desechos de celulosa comprenden celulosa, plástico, gomas y elementos metálicos, estos pueden ser provenientes de diversas industrias donde se use el papel como insumo o se genere como desecho.

En otra realización de la invención se refiere a que el líquido de naturaleza iónica en la etapa a) descrita anteriormente es una mezcla entre una base fuerte o una sal básica de alta solubilidad y urea.

En otra realización de la invención se refiere a que la base fuerte se puede seleccionar de NaOH y KOH.

En otra realización de la invención se refiere a que la sal básica de alta solubilidad que hace parte del líquido de naturaleza iónica y puede ser NaCO_3 .

En otra realización de la invención se refiere a que la concentración de la base fuerte está en el rango 3M a 7M y la concentración de la urea que se utiliza es 1M.

En otra realización de la invención se refiere a que la concentración de la sal básica de alta solubilidad que puede ser parte del líquido de naturaleza iónica y se definió anteriormente es de 1M y se combina con urea en concentración de 1M para obtener dicho líquido.

En otra realización de la invención se refiere a que la disolución de la celulosa en la etapa a) se lleva a cabo por un tiempo de seis (6) a doce (12) horas.

En otra realización de la invención se refiere a que la disolución de la celulosa en la etapa a) se lleva a cabo con agitación constante de 100 rpm a 300 rpm.

En otra realización de la invención el filtrado de la etapa a) se realiza utilizando filtración al vacío alcanzando una presión de ~~20 mbar~~ 2000 Pa.

En otra realización de la invención se refiere a que los productos de la etapa b) son por una parte una solución que contiene celulosa solubilizada en el líquido de naturaleza iónica y por otra parte los elementos plásticos y metálicos.

En otra realización de la invención se describe un procedimiento de acondicionado de los elementos plásticos y metálicos mediante lavado con agua hasta fin de basicidad la cual se puede medir con papel tornasol u otro medio apropiado a una temperatura de entre 18 °C a 25°C.

En otra realización de la invención se describe un procedimiento de precipitado usado en la etapa c) se realiza utilizando un ácido fuerte y se caracteriza por las siguientes etapas:

- a. Adicionar ácido fuerte hasta alcanzar un pH de 3
- b. Decantar por un tiempo de 1 hora a 2 horas.
- c. Remover el sobrenadante y el precipitado (torta húmeda)

En otra realización de la invención se refiere a que el ácido fuerte puede ser ácido fosfórico o ácido clorhídrico.

En otra realización de la invención el filtrado de la etapa d) se realiza utilizando filtración al vacío alcanzando una presión de ~~20 mbar~~ 2000 Pa.

En otra realización de la invención los productos de la filtración de la etapa d) son por una parte celulosa recuperada y por otra parte residuo sólido.

En otra realización de la invención se refiere a que la celulosa recuperada es de alta pureza.

En otra realización de la invención se describe un procedimiento donde el acondicionado de la celulosa de la etapa e) está caracterizado por que comprende las etapas de:

- d. Lavado con agua hasta fin de acidez
- e. Secado de la celulosa de alta pureza usando una temperatura de entre 40°C y 60 °C.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y figuras se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica de la misma, se acompaña como parte integrante de dicha descripción, un juego de dibujos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

Figura 1.- esquema del proceso que muestra las etapas y las condiciones más relevantes de dichas etapas.

Figura 2.- Espectro infrarrojo de la celulosa recuperada mediante el proceso descrito.

EJEMPLOS

A continuación, se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que pone de manifiesto la efectividad del procedimiento descrito.

1. Formulación del líquido de naturaleza iónica usado para la recuperación de celulosa a partir de residuos industriales

Para el diseño del líquido de naturaleza iónica se tuvieron en cuenta las características fisicoquímicas de la celulosa en especial la solubilidad de esta en medio básicos, por lo que se realizaron ensayos utilizando diferentes aminas y diaminas con pH ajustado con hidróxido de sodio y realizando ensayos de separación con tiempos de agitación de 4 horas a 200 rpm y observando cual era el comportamiento en cada tratamiento como se muestra en la tabla 1. Con los resultados observados se escogió como composición del líquido de naturaleza iónica la mezcla de urea e hidróxido de sodio para el proceso de separación

Residuo industrial que contiene celulosa	Amina	Base	pH	Tiempo	Separación
	Amoniaco	NaOH	12	4 horas	Pobre
	Metilamina	NaOH	12	4 horas	Media
	Etilamina	NaOH	12	4 horas	Media
	Etilendiamina	NaOH	12	4 horas	Bajo
	Urea	NaOH	12	4 horas	Alto

Tabla 1. Composición del líquido de naturaleza iónica

2. Concentraciones de trabajo para la separación de celulosa de los residuos industriales.

Una vez establecida la composición del líquido de naturaleza iónica se realizaron ensayos preliminares para establecer las concentraciones de trabajo las cuales se muestran en la tabla a continuación.

Residuo industrial que contiene celulosa	[Urea]	[NaOH]	pH	Tiempo de agitación	Rendimiento de separación
	0	1M	11	4 horas	30%
	1M	1M	12	4 horas	50%
	1M	2M	12	4 horas	50%
	2M	1M	11	4 horas	40%
	2M	2M	12	4 horas	50%
	1M	3M	12.5	4 horas	60%

	1M	4M	13	4 horas	60%
	1M	6M	14	4 horas	70%
	1M	7M	14	4 horas	70%

Tabla 2. Concentraciones de trabajo del líquido de naturaleza iónica.

Se observó de acuerdo a los resultados que la separación depende de la concentración de NaOH y no de la urea pero que es necesario una cantidad de esta, para generar sinergia y aumentar el porcentaje de solubilidad de la celulosa que se encuentra en el residuo industrial.

3. Estandarización del proceso de separación

Una vez se determinan las concentraciones de trabajo se establece las variables fisicoquímicas del proceso como son el tiempo de agitación para alcanzar máxima solubilidad de la celulosa y pH de re precipitación donde se obtiene máxima recuperación de la celulosa como se muestra en la siguiente tabla.

Residuo industrial que contiene celulosa	Concentración de líquido de naturaleza iónica	Tiempo de agitación	Solubilidad %	pH	Celulosa recuperada %	Plástico recuperado %
	Urea1M NaOH 6m	4 horas	70	5	50	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	5	60	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	3	80	100
	Urea1M NaOH 6m	12 horas	80	3	80	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	2	80	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	1	80	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	1	80	100

Tabla 3. Tiempos de agitación y pH de re-precipitación

De acuerdo a los resultados obtenidos se establecen el tiempo y el pH donde se obtiene un mayor porcentaje de recuperación, obteniéndose así las variables de trabajo y definiendo la composición del líquido de naturaleza iónica, concentración de los componentes, tiempo de agitación y pH de re precipitación y recuperación de celulosa y plástico

4. Verificación de las variables de proceso, temperatura y concentración, agitación.

Establecidas las variables fisicoquímicas del proceso se realizan ensayos por triplicado usando muestras de 20 g de residuo industrial en 100 ml de líquido de_naturaleza iónica obteniéndose resultados acordes a los ensayos anteriores como se muestra en la siguiente tabla.

Concentración del líquido de naturaleza iónica 100 ml	Tiempo de agitación	pH de precipitación	Peso celulosa recuperada	Peso plástico recuperado	% de recuperación
Urea1M NaOH 6m	8 horas	3	12,49	3.59	80
Urea1M NaOH 6m	8 horas	3	13.28	3,29	82
Urea1M NaOH 6m	8 horas	3	12,94	3,56	81

Tabla 4. Rendimientos de recuperación y verificación de variables

Conclusiones

El proceso propuesto logra, a partir de los residuos industriales que contiene celulosa, recuperar en un 99% celulosa tipo alfa la cual puede ser usada en diferentes sectores especialmente en el farmacéutico por su alta calidad y por el buen precio que genera haciendo el proyecto muy interesante y con alto grado de rentabilidad y viabilidad.

Los valores de la composición de la celulosa obtenida se muestran en la siguiente tabla.

	Alfa celulosa	Beta celulosa	Gama celulosa
Composición de celulosa recuperada ³	99,79 %	0,184 %	0,026 %

³ La determinación de la composición de celulosa recuperada en términos de alfa celulosa, beta celulosa y gama celulosa se realizó mediante la norma venezolana COVENIN 2519-88, los datos reportados por el LIAC son como se muestra en la figura 2.

Capítulo descriptivo modificado. (Versión en limpio)

**PROCESO DE RECUPERACIÓN DE CELULOSA A PARTIR DE
DESECHOS INDUSTRIALES QUE CONTIENEN CELULOSA**

DESCRIPCIÓN

OBJETO DE LA INVENCION

La presente invención se puede incluir dentro del sector de recuperación de celulosa. En particular, la presente invención tiene por objeto proponer un proceso que permita separar y recuperar celulosa a partir de desechos industriales utilizando un líquido de naturaleza iónica que contiene una base fuerte y urea.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

En general la fabricación de productos de consumo masivo se lleva a cabo en grandes plantas industriales donde son producidos en grandes cantidades. En el caso de la fabricación de productos de higiene, los cuales contienen celulosa, cuando las líneas de producción se ponen en operación se genera cierto residuo perdida de las materias primas de fabricación, se estima que la pérdida total asciende de entre 100 – 200 Ton/año/línea de fabricación⁴.

Hasta el momento se han propuesto algunos métodos que permiten solubilizar la celulosa presente en diversos desechos, en general se describe el uso de diversos métodos dentro del cual está el tratamiento con líquidos iónicos. En el documento CN105970709A se describe un método para recuperar celulosa partiendo de papel impreso como residuo a tratar, el proceso describe las etapas de triturar y luego pulverizar el papel, seguido de una disolución del desecho en agua destilada, mediante filtración se recupera el papel húmedo y se trata con una mezcla de solventes orgánicos acetona, etanol y agua en una relación en volumen de 5:3:2, esta mezcla se vuelve a

⁴http://ec.europa.eu/environment/life/project/Projects/index.cfm?fuseaction=search.dspPage&n_proj_id=1049&docType=pdf

lavar y filtrar se trata el residuo sólido con una solución de hidróxido de sodio, se repite el filtrado y lavado para obtener como producto final celulosa de una contracción de 98.2%. Este documento no describe la formulación del líquido iónico que se propone y el proceso difiere en gran medida del propuesto.

También se encuentra el documento US20160122496A1, el documento describe un método y un proceso industrial para recuperar materiales sin procesar de desechos que contienen papel mediante el uso de líquidos iónicos. El método implica recuperar la celulosa mediante el uso de líquidos iónicos únicamente. Los plásticos que pueda contener el desecho se recuperan de la materia prima mediante un proceso basado en disolvente. El líquido iónico usado para disolver la celulosa está compuesto por cationes de imidazolio, metilimidazolio y butilimidazolio y por compuestos aniónicos de cloro o bromo o un anión triflato del tipo ácido trifluorometanosulfónico.

En este sentido, es evidente que la industria actual necesita procedimientos que por un lado, les permitan recuperar celulosa para ser posteriormente utilizados en procesos productivos como materia prima y por otro lado sean una solución de bajo costo y fácil implementación.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

En un primer aspecto, la presente invención describe un proceso de recuperación de celulosa a partir de desechos industriales que contienen celulosa caracterizado por las siguientes etapas:

- f. Disolución de la celulosa proveniente de los desechos usando un líquido de naturaleza iónica⁵
- g. Filtración de la solución obtenida en la etapa a)
- h. Precipitación de la celulosa
- i. Filtración de solución obtenida en la etapa c)

⁵ la expresión 'líquido de naturaleza iónica' se entiende en el contexto de la presente invención como un medio en estado líquido que contiene iones positivos y negativos disueltos

j. Acondicionamiento de la celulosa

En otra realización de la invención se refiere a que los desechos de celulosa comprenden celulosa, plástico, gomas y elementos metálicos, estos pueden ser provenientes de diversas industrias donde se use el papel como insumo o se genere como desecho.

En otra realización de la invención se refiere a que el líquido de naturaleza iónica en la etapa a) descrita anteriormente es una mezcla entre una base fuerte o una sal básica de alta solubilidad y urea.

En otra realización de la invención se refiere a que la base fuerte se puede seleccionar de NaOH y KOH.

En otra realización de la invención se refiere a que la sal básica de alta solubilidad que hace parte del líquido de naturaleza iónica y puede ser Na_2CO_3 .

En otra realización de la invención se refiere a que la concentración de la base fuerte está en el rango 3M a 7M y la concentración de la urea que se utiliza es 1M.

En otra realización de la invención se refiere a que la concentración de la sal básica de alta solubilidad que puede ser parte del líquido de naturaleza iónica y se definió anteriormente es de 1M y se combina con urea en concentración de 1M para obtener dicho líquido.

En otra realización de la invención se refiere a que la disolución de la celulosa en la etapa a) se lleva a cabo por un tiempo de seis (6) a doce (12) horas.

En otra realización de la invención se refiere a que la disolución de la celulosa en la etapa a) se lleva a cabo con agitación constante de 100 rpm a 300 rpm.

En otra realización de la invención el filtrado de la etapa a) se realiza utilizando filtración al vacío alcanzando una presión de 2000 Pa.

0En otra realización de la invención se refiere a que los productos de la etapa b) son por una parte una solución que contiene celulosa solubilizada en el líquido de naturaleza iónica y por otra parte los elementos plásticos y metálicos.

En otra realización de la invención se describe un procedimiento de acondicionado de los elementos plásticos y metálicos mediante lavado con agua hasta fin de basicidad la cual se puede medir con papel tornasol u otro medio apropiado a una temperatura de entre 18 °C a 25°C.

En otra realización de la invención se describe un procedimiento de precipitado usado en la etapa c) se realiza utilizando un ácido fuerte y se caracteriza por las siguientes etapas:

- f. Adicionar ácido fuerte hasta alcanzar un pH de 3
- g. Decantar por un tiempo de 1 hora a 2 horas.
- h. Remover el sobrenadante y el precipitado (torta húmeda)

En otra realización de la invención se refiere a que el ácido fuerte puede ser ácido fosfórico o ácido clorhídrico.

En otra realización de la invención el filtrado de la etapa d) se realiza utilizando filtración al vacío alcanzando una presión de 2000 Pa.

En otra realización de la invención los productos de la filtración de la etapa d) son por una parte celulosa recuperada y por otra parte residuo sólido.

En otra realización de la invención se refiere a que la celulosa recuperada es de alta pureza.

En otra realización de la invención se describe un procedimiento donde el acondicionado de la celulosa de la etapa e) está caracterizado por que comprende las etapas de:

- i. Lavado con agua hasta fin de acidez
- j. Secado de la celulosa de alta pureza usando una temperatura de entre 40°C y 60 °C.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y figuras se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características de la invención, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica de la misma, se acompaña como parte integrante de dicha descripción, un juego de dibujos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

Figura 1.- esquema del proceso que muestra las etapas y las condiciones más relevantes de dichas etapas.

Figura 2.- Espectro infrarrojo de la celulosa recuperada mediante el proceso descrito.

EJEMPLOS

A continuación, se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que pone de manifiesto la efectividad del procedimiento descrito.

1. Formulación del líquido de naturaleza iónica usado para la recuperación de celulosa a partir de residuos industriales

Para el diseño del líquido de naturaleza iónica se tuvieron en cuenta las características fisicoquímicas de la celulosa en especial la solubilidad de esta en medio básicos, por lo que se realizaron ensayos utilizando diferentes aminas y diaminas con pH ajustado con hidróxido de sodio y realizando ensayos de separación con tiempos de agitación de 4 horas a 200 rpm y observando cual era el comportamiento en cada tratamiento como se muestra en la tabla 1. Con los resultados observados se escogió como composición del líquido de naturaleza iónica la mezcla de urea e hidróxido de sodio para el proceso de separación

Residuo industrial que contiene celulosa	Amina	Base	pH	Tiempo	Separación
	Amoniaco	NaOH	12	4 horas	Pobre
	Metilamina	NaOH	12	4 horas	Media
	Etilamina	NaOH	12	4 horas	Media
	Etilendiamina	NaOH	12	4 horas	Bajo
	Urea	NaOH	12	4 horas	Alto

Tabla 1. Composición del líquido de naturaleza iónica

2. Concentraciones de trabajo para la separación de celulosa de los residuos industriales.

Una vez establecida la composición del líquido de naturaleza iónica se realizaron ensayos preliminares para establecer las concentraciones de trabajo las cuales se muestran en la tabla a continuación.

	[Urea]	[NaOH]	pH	Tiempo de agitación	Rendimiento de separación
Residuo industrial que contiene celulosa	0	1M	11	4 horas	30%
	1M	1M	12	4 horas	50%
	1M	2M	12	4 horas	50%
	2M	1M	11	4 horas	40%
	2M	2M	12	4 horas	50%
	1M	3M	12.5	4 horas	60%
	1M	4M	13	4 horas	60%
	1M	6M	14	4 horas	70%
	1M	7M	14	4 horas	70%

Tabla 2. Concentraciones de trabajo del líquido de naturaleza iónica.

Se observó de acuerdo a los resultados que la separación depende de la concentración de NaOH y no de la urea pero que es necesario una cantidad de esta, para generar sinergia y aumentar el porcentaje de solubilidad de la celulosa que se encuentra en el residuo industrial.

3. Estandarización del proceso de separación

Una vez se determinan las concentraciones de trabajo se establece las variables fisicoquímicas del proceso como son el tiempo de agitación para alcanzar máxima solubilidad de la celulosa y pH de re precipitación donde se obtiene máxima recuperación de la celulosa como se muestra en la siguiente tabla.

Residuo industrial que contiene celulosa	Concentración de líquido de naturaleza iónico	Tiempo de agitación	Solubilidad %	pH	Celulosa recuperada %	Plástico recuperado %
	Urea1M NaOH 6m	4 horas	70	5	50	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	5	60	100
	Urea1M	8 horas	80	3	80	100

	NaOH 6m					
	Urea1M NaOH 6m	12 horas	80	3	80	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	2	80	100
	Urea1M NaOH 6m	8 horas	80	1	80	100

Tabla 3. Tiempos de agitación y pH de re-precipitación

De acuerdo a los resultados obtenidos se establecen el tiempo y el pH donde se obtiene un mayor porcentaje de recuperación, obteniéndose así las variables de trabajo y definiendo la composición del líquido de naturaleza iónica, concentración de los componentes, tiempo de agitación y pH de re precipitación y recuperación de celulosa y plástico

4. Verificación de las variables de proceso, temperatura y concentración, agitación.

Establecidas las variables fisicoquímicas del proceso se realizan ensayos por triplicado usando muestras de 20 g de residuo industrial en 100 ml de líquido de naturaleza iónica obteniéndose resultados acordes a los ensayos anteriores como se muestra en la siguiente tabla.

Concentración del líquido de <u>naturaleza iónica</u> 100 ml	Tiempo de agitación	pH de precipitación	Peso celulosa recuperada	Peso plástico recuperado	% de recuperación
Urea1M NaOH 6m	8 horas	3	12,49	3.59	80
Urea1M NaOH 6m	8 horas	3	13.28	3,29	82
Urea1M NaOH 6m	8 horas	3	12,94	3,56	81

Tabla 4. Rendimientos de recuperación y verificación de variables

Conclusiones

El proceso propuesto logra, a partir de los residuos industriales que contiene celulosa, recuperar en un 99% celulosa tipo alfa la cual puede ser usada en diferentes sectores especialmente en el farmacéutico por su alta calidad y por el buen precio que genera haciendo el proyecto muy interesante y con alto grado de rentabilidad y viabilidad.

Los valores de la composición de la celulosa obtenida se muestran en la siguiente tabla.

	Alfa celulosa	Beta celulosa	Gama celulosa
Composición de celulosa recuperada ⁶	99,79 %	0,184 %	0,026 %

⁶ La determinación de la composición de celulosa recuperada en términos de alfa celulosa, beta celulosa y gama celulosa se realizó mediante la norma venezolana COVENIN 2519-88, los datos reportados por el LIAC son como se muestra en la figura 2.

NUEVO CAPÍTULO REIVINDICATORIO. (Versión control de cambios)

1. Proceso de recuperación de celulosa a partir de ~~residuos~~ desechos celulósicos industriales con un contenido de celulosa entre el 30% al 70% caracterizado por las siguientes etapas:

a. ~~Disolución~~ de celulosa proveniente de los desechos utilizando:
usando

un líquido de naturaleza iónica compuesto por una mezcla entre
una base fuerte o la sal básica Na_2CO_3 y urea

donde la base fuerte está compuesta por un grupo OH
y un metal del grupo 1 escogido entre Na y K; donde la
concentración de la base fuerte es de 3M a 7M, la
concentración de la urea es 1M y la de sal básica es 1M;

y:

por un tiempo de disolución de seis (6) a doce (12) horas con
agitación constante de 100 rpm a 300 rpm.

b. ~~Filtración de la solución obtenida en la etapa a)~~ previamente donde
el filtrado se realiza utilizando filtrado al vacío alcanzando una presión
de 2000 Pa; en la filtración se obtiene una solución que contiene
celulosa solubilizada en el líquido iónico y por otra parte los elementos
plásticos y metálicos los cuales se acondicionan lavando con agua
hasta a una temperatura de entre 18 °C a 25°C y hasta un pH de entre
7 a 7.5.

c. ~~Precipitación de la celulosa~~ utilizando un ácido fuerte donde el ácido
fuerte es seleccionado entre ácido fosfórico y ácido clorhídrico, de
acuerdo a las siguientes etapas:

a1. Adicionar ácido fuerte hasta alcanzar un pH de 3

b1. Decantar por un tiempo de 1 hora a 2 horas.

c1. Remover el sobrenadante y el precipitado (torta húmeda)

d. ~~Filtración de la solución obtenida en la etapa c1)~~ utilizando filtrado
al vacío alcanzando una presión de 2000 Pa; en la filtración se obtiene
celulosa recuperada y residuos sólidos.

e. Acondicionado de la celulosa comprende las etapas de:

a2. Lavado con agua hasta un pH de entre 7 a 7.5;

b2. Secado de la celulosa de alta pureza usando una
temperatura de entre 40°C y 60 °C.

2. Procedimiento según la reivindicación 1 donde los desechos celulósicos
industriales de celulosa comprenden celulosa, elementos plásticos tales
como, polietileno de alta y baja densidad, polipropileno, polietilentereftalato,
gomas tales como, adhesivos industriales, tipo silicona, adhesivos para
polímeros, colas de polivinil acetato, cola etilenica y cola de poliuretano y
elementos metálicos tales como, cobre, hierro, aluminio y estaño.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 caracterizado porque el líquido de naturaleza iónica en la etapa a) es una mezcla entre una base fuerte o la sal básica NaCO_3 y urea; donde la base fuerte está compuesta por un grupo OH y un metal del grupo 1 escogido entre Na y K.

4. Procedimiento según la reivindicación 3 donde la concentración de la base fuerte es de 3M a 7M y la concentración de la urea es 1M.

5. Procedimiento según la reivindicación 3 donde la concentración de sal básica NaCO_3 es de 1M.

6. Procedimiento según la reivindicación 1 donde la disolución de la celulosa en la etapa a) se lleva a cabo por un tiempo de seis (6) a doce (12) horas.

7. Procedimiento según la reivindicación 1 donde la disolución de la celulosa en la etapa a) se lleva a cabo con agitación constante de 100 rpm a 300 rpm.

8. Procedimiento según la reivindicación 1 donde el filtrado de la etapa a) se realiza utilizando filtrado al vacío alcanzando una presión de 20 mbar 2000 Pa.

9. Procedimiento según la reivindicación 1 en el que los productos de la etapa b) son 5 por una parte una solución que contiene celulosa solubilizada en el líquido iónico y por otra parte los elementos plásticos y metálicos.

10. Un procedimiento según la reivindicación 11 donde los elementos plásticos y metálicos se acondiciona lavado con agua hasta fin de basicidad a una temperatura de entre 18 °C a 25°C.

11. Procedimiento según la reivindicación 1 donde el precipitado de la etapa c) se realiza utilizando un ácido fuerte donde el ácido fuerte es seleccionado entre ácido fosfórico y ácido clorhídrico, de acuerdo a las siguientes etapas:

- a. Adicionar ácido fuerte hasta alcanzar un pH de 3
- b. Decantar por un tiempo de 1 hora a 2 horas.
- c. Remover el sobrenadante y el precipitado (torta húmeda)

12. Procedimiento según la reivindicación 1 donde el filtrado de la etapa d) se realiza utilizando filtrado al vacío alcanzando una presión de 20 mbar 2000 Pa.

13. Procedimiento según la reivindicación 15 en el que los productos de la filtración de la etapa d) son por una parte celulosa recuperada y por otra parte residuo sólido.

14. Procedimiento según la reivindicación 1 donde el acondicionado de la celulosa en la etapa e) está caracterizado por que comprende las etapas de:

- a. Lavado con agua hasta fin de acidez



MADRID – BOGOTÁ – MEDELLÍN – SAN FRANCISCO – BRUSELAS – GUANGZHOU
BARCELONA – ALICANTE – SEVILLA – VALENCIA – VIGO – VITORIA – ZARAGOZA

~~b. Secado de la celulosa de alta pureza usando una temperatura de entre 40°C y 60 °C.~~

NUEVO CAPÍTULO REIVINDICATORIO. (Versión limpia)

1. Proceso de recuperación de celulosa a partir de desechos celulósicos industriales con un contenido de celulosa entre el 30% al 70% caracterizado por las siguientes etapas:

- a. Disolver celulosa proveniente de los desechos utilizando:
un líquido de naturaleza iónica compuesto por una mezcla entre una base fuerte o la sal básica Na_2CO_3 y urea
donde la base fuerte está compuesta por un grupo OH y un metal del grupo 1 escogido entre Na y K; donde la concentración de la base fuerte es de 3M a 7M, la concentración de la urea es 1M y la de sal básica es 1M;
y
por un tiempo de disolución de seis (6) a doce (12) horas con agitación constante de 100 rpm a 300 rpm.
- b. Filtrar la solución obtenida previamente donde el filtrado se realiza utilizando filtrado al vacío alcanzando una presión de 2000 Pa; en la filtración se obtiene una solución que contiene celulosa solubilizada en el líquido iónico y por otra parte los elementos plásticos y metálicos los cuales se acondicionan lavando con agua hasta a una temperatura de entre 18 °C a 25°C y hasta un pH de entre 7 a 7.5.
- c. Precipitar la celulosa utilizando un ácido fuerte donde el ácido fuerte es seleccionado entre ácido fosfórico y ácido clorhídrico, de acuerdo a las siguientes etapas:
 - a1. Adicionar ácido fuerte hasta alcanzar un pH de 3
 - b1. Decantar por un tiempo de 1 hora a 2 horas.
 - c1. Remover el sobrenadante y el precipitado (torta húmeda).
- d. Filtrar la solución obtenida en la etapa c1) utilizando filtrado al vacío alcanzando una presión de 2000 Pa; en la filtración se obtiene celulosa recuperada y residuos sólidos.
- e. Acondicionado de la celulosa comprende las etapas de:
 - a2. Lavado con agua hasta un pH de entre 7 a 7.5;
 - b2. Secado de la celulosa de alta pureza usando una temperatura de entre 40°C y 60 °C.

2. Procedimiento según la reivindicación 1 donde los desechos celulósicos industriales comprenden celulosa, elementos plásticos tales como, polietileno de alta y baja densidad, polipropileno, polietilentereftalato, gomas tales como, adhesivos industriales, tipo silicona, adhesivos para polímeros, colas de polivinil acetato, cola etilénica y cola de poliuretano y elementos metálicos tales como, cobre, hierro, aluminio y estaño.