

CAPÍTULO REIVINDICATORIO

1. Un proceso para la producción de ésteres carboxílicos, en donde una mezcla de reacción que comprende un ácido carboxílico y/o un anhídrido carboxílico seleccionados de ácido acético, anhídrido acético, ácido benzoico, anhídrido benzoico, ácido ftálico, anhídrido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido trimelítico, anhídrido trimelítico, ácido piromelítico y dianhídrido piromelítico, y que comprende un alcohol $R^1\text{-OH}$ y/o un alcohol $R^2\text{-[O-X]}_n\text{-OH}$, en donde:

R^1 se selecciona de entre restos de alquilo- $C_5\text{-}C_{13}$ no ramificado y restos de alquilo- $C_5\text{-}C_{13}$ ramificado y restos de cicloalquilo- $C_5\text{-}C_6$,

R^2 se selecciona de restos de alquilo- $C_1\text{-}C_9$ no ramificado y restos de alquilo- $C_3\text{-}C_9$ ramificado,

X es un grupo alquileo- $C_2\text{-}C_3$ no ramificado o un grupo alquileo- $C_3\text{-}C_4$ ramificado, y

n tiene el valor 1 o 2 ,

se hace reaccionar en un sistema de reacción compuesto por 2 a 10 reactores,

con la condición de que la reacción tenga lugar:

en la presencia de un catalizador seleccionado de ácido metansulfónico, en donde el contenido total de sulfato del ácido metansulfónico es de 50 ppm o menos y en donde el contenido total de cloro del ácido metansulfónico es de 20 ppm o menos,

con introducción de nitrógeno en el sistema de reacción,

a una temperatura de la mezcla de reacción de 125°C a 240°C , y

con remoción por destilación, en la forma de una mezcla azeotrópica con el alcohol $R^1\text{-OH}$ y/o $R^2\text{-[O-X]}_n\text{-OH}$ empleado, del agua formada durante la reacción,

donde el alcohol $R^1\text{-OH}$ y/o $R^2\text{-[O-X]}_n\text{-OH}$ removido por destilación retorna al sistema de reacción.

2. El proceso de acuerdo con la Reivindicación1, donde el nitrógeno se pasa dentro del reactor por debajo de la superficie del líquido de la mezcla de reacción y el nitrógeno burbujea a través de la mezcla de reacción.

3. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el sistema de reacción comprende una cascada de 2 a 10 reactores y el nitrógeno se introduce en el primer reactor de la cascada.

4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la reacción se lleva a cabo de modo continuo.
5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el resto R^1 se selecciona de n-octilo, 2-etilhexilo, n-nonilo, isononilo, isodecilo, 2-propilheptilo, n-undecilo, isoundecilo.
6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde se emplea 2-etilhexanol como alcohol R^1 -OH.
7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde se emplean 2-butoxietanol, 2-(2-butoxi)etanol, 1-metoxi-2-propanol, 3-metoxipropanol o una mezcla de los alcoholes mencionados como alcohol R^2 -[O-X]_n-OH.
8. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el ácido carboxílico y/o el anhídrido carboxílico se seleccionan de ácido acético, anhídrido acético, ácido benzoico, anhídrido benzoico, ácido tereftálico, ácido trimelítico y anhídrido trimelítico.
9. El proceso de acuerdo con cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 8 para la producción de tereftalato de bis(2-etilhexilo) por reacción de ácido tereftálico con 2-etilhexanol.
10. El proceso de acuerdo con cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 8 para la producción de acetato de 2-butoxi, acetato de 2-(2-butoxi)etilo, acetato de 1-metoxi-2-propilo y acetato de 3-metoxipropilo por reacción de 2-butoxietanol, 2-(2-butoxi)etanol, 1-metoxi-2-propanol o 3-metoxipropanol con ácido acético o anhídrido acético.
11. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el al menos un alcohol R^1 -OH y/o el al menos un alcohol R^2 -[O-X]_n-OH está presente en un exceso molar de 1,01 a 2,0 veces, en base a los equivalentes de ácido carboxílico del material de ácido carboxílico empleado.

12. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde se emplea el ácido metansulfónico como catalizador, cuyo contenido total de sulfato es de 50 ppm o menos y cuyo contenido total de cloro es de 20 ppm o menos.
13. El proceso de acuerdo con la Reivindicación 12, donde el contenido total de cloro del ácido metansulfónico empleado es de 5 ppm o menos, en particular de 1ppm o menos.
14. El proceso de acuerdo con la Reivindicación 12 o 13, donde el contenido total de sulfato del ácido metansulfónico empleado es de 20 ppm o menos.
15. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la cantidad empleada del catalizador, en base al número de grupos de ácido carboxílico por reaccionar, es de 0,5 a 5% en moles.

Señor Director

DIRECCION DE NUEVAS CREACIONES

Superintendencia de Industria y Comercio

E. S. D.

Referencia: Expediente No. 16-141.648

Asunto: Solicitud de patente para: MÉTODO PARA PRODUCIR ÉSTERES DE ÁCIDO CARBOXÍLICO Y SU USO COMO PLASTIFICANTES

Solicitante: BASF SE

Fecha de solicitud: 31 de mayo de 2016

RESPUESTA AL PRIMER EXAMEN DE FONDO

Yo, ANDRÉS RINCÓN USCÁTEGUI, identificado como aparece al pie de mi firma, en mi condición de apoderado de la sociedad solicitante de la patente de la referencia, doy respuesta al Oficio 3413, notificado por fijación en lista el 26 de marzo de 2018, para el cual solicité una prórroga el 21 de junio de 2018.

I. MODIFICACIONES AL CAPÍTULO REIVINDICATORIO

En respuesta al examen de patentabilidad aporté un Capítulo Reivindicatorio modificado conformado por 15 reivindicaciones en las que se realizaron las siguientes modificaciones:

- resolviendo las cuestiones relacionadas con la definición del grupo R1, definiendo con precisión el gas inerte utilizado en el proceso y modificando las expresiones que utilizan el verbo '*usar*', el cual a pesar de ser un término universalmente aceptado en la práctica de patentes, y cuyo significado la persona medianamente versada en la materia conoce muy bien;
- la expresión '*a lo sumo*' se ha sustituido por una expresión equivalente que indica el valor máximo del parámetro seguida de la expresión '*o menos*';
- se ha definido con precisión al catalizador del proceso de esterificación (ácido metansulfónico), teniendo especial cuidado en definir su contenido total de sulfato (50 ppm o menos) y su contenido total de cloro (20 ppm o menos), un aspecto significativo de la invención y que se discute a continuación.

INNOVACIÓN PARA LOS NEGOCIOS

BOGOTÁ DC, 110221 - COLOMBIA Edificio Siski - Carrera 4 No. 72-35 Teléfono (57-1) 347 3611 Fax (57-1) 211 8650
MEDELLÍN, 050021 - COLOMBIA San Fernando Plaza - Carrera 42 A No. 1-25 Torre 4 Oficina 303 Teléfono (57-4) 5204760
BARRANQUILLA, 080002- COLOMBIA - Calle 64 No. 50-22 Oficina 201 Teléfono (57-5) 351 6440

www.cavelier.com
cavelier@cavelier.com

Estas modificaciones se ajustan al Artículo 34 de la Decisión 486 de 2000, ya que no constituyen una ampliación de la protección que correspondería a la divulgación contenida en la solicitud inicial.

II. EN CUANTO A LA SUPUESTA FALTA DE CLARIDAD

El Examinador considera que el Capítulo Reivindicatorio no es claro ni conciso. Respecto a las objeciones relacionadas, llamo la atención del Examinador sobre el Capítulo Reivindicatorio Modificado adjunto, del cual se realizaron los cambios mencionados en el numeral I del presente memorial. Por lo tanto, considero superadas dichas objeciones.

Con base en todo lo anterior, considero que el Capítulo Reivindicatorio Modificado adjunto cumple con todos los requisitos de claridad y concisión, ajustándose así a los lineamientos del Artículo 30 de la Decisión 486, ya que cualquier persona medianamente versada en la materia está en completa capacidad de reproducir la invención sin ambigüedad alguna.

III. ARTE PREVIO

El Examinador considera dos documentos como relevantes en la evaluación de patentabilidad de la presente invención:

No.	Documento	Título	Fecha de Publicación
D1	US20070161815	<i>"Production of terephthalic acid di-esters"</i>	12 de julio de 2007
D2	JP2003160535	<i>"Method for producing unsaturated dibasic acid diester"</i>	03 de junio de 2003

IV. EN CUANTO A LA SUPUESTA FALTA DE NIVEL INVENTIVO

El Examinador considera que la presente invención carece de nivel inventivo a la luz de los documentos D1 y D2. Respetuosamente difiero de la opinión del Examinador.

Los bajos números de color de los productos obtenidos mediante el proceso de la presente invención se han logrado principalmente mediante el uso de ácidos sulfónicos como catalizadores para la reacción de esterificación que tienen una excepcionalmente elevada calidad, en particular un bajo contenido de sulfato y un bajo contenido de cloro.

Por esta razón, en la Reivindicación 1 el catalizador se ha limitado ácido metansulfónico altamente puro (MSA), esto es, un ácido metansulfónico que tiene un contenido de sulfato de cómo máximo 50 ppm y un contenido de cloro de cómo máximo 20 ppm.

Esta circunstancia nos lleva a resaltar el contenido de los ejemplos comparativos incluidos en la descripción de la presente solicitud.

Así, en los ejemplos experimentales 1 a 3 de la Descripción de la solicitud se ha empleado un MSA altamente puro (Lutropur MSA, BASF) como catalizador de esterificación para proveer los productos esterificados resultantes con excelentes rendimientos de aislación que rondan del 91 al 96% y con una elevada calidad, esto es, con purezas que se encuentran en el entorno de 97,3 al 99,6%, con valores muy bajos de color Hazen (APHA) en el rango de 12 a 22.

En contraste con estos resultados, el producto esterificado obtenido en el ejemplo comparativo CE5, donde el MSA contenía un elevado contenido total de sulfato y de cloro, tuvo una significativamente baja calidad, en particular un elevado valor de color Hazen (APHA) de 57. El mismo efecto se muestra en los ejemplos comparativos 1 y 2 de la sección III) de la parte experimental, en donde el uso de un altamente puro MSA (MSA (A)) derivó en un producto que tenía un valor de color Hazen significativamente bajo (APHA) en comparación con el producto esterificado producido mediante el uso del MSA 'ordinario' (MSA (B)) como catalizador.

Luego, estos resultados experimentales muestran claramente un efecto técnico notable e inesperado, resultante de la utilización de un MSA altamente puro como se ha definido ahora en la Reivindicación 1.

Este efecto técnico no podría haber sido esperado o anticipado por la persona medianamente versada en la materia a partir de las enseñanzas de los documentos D1 y D2 por cuanto dichos documentos guardan absoluto silencio acerca del fuerte impacto del contenido total de sulfato y de cloro del MSA sobre la calidad de los productos resultantes de la reacción de esterificación, un hecho que recién se ha puesto en evidencia en la presente solicitud.

D1 se refiere a un proceso para la preparación de diésteres del ácido tereftálico mediante la reacción del ácido tereftálico con un alcohol en la presencia de un catalizador, mientras que el agua de la reacción es removida de la mezcla de reacción mediante un gas inerte. El catalizador no está adicionalmente especificado. Meramente en el párrafo 0014 de D1 se sugieren los catalizadores de titanio, tales como los tetra-alcóxidos de titanio de la fórmula $Ti(OR)_4$, como catalizadores apropiados.

Luego, D1 claramente falla en enseñar una esterificación en donde se utilice un catalizador orgánico de ácido sulfónico, y menos un ácido metansulfónico, que tenga un bajo contenido total de sulfato y de cloro.

D2 se refiere a un proceso para la producción de ésteres dibásicos insaturados teniendo una alta pureza y un número de color bajo. De acuerdo con el proceso de D2, la esterificación se lleva a cabo en la presencia o ausencia de un solvente orgánico y en la presencia de ácido *para*-toluensulfónico como catalizador de esterificación, a una temperatura de reacción en el intervalo de 40º C a 160º C, mientras una corriente de nitrógeno se pasa a través del sistema de reacción. Durante la reacción, el agua formada se destila como una mezcla azeotrópica junto conjuntamente con el alcohol y/o opcionalmente con el solvente orgánico. Luego de terminada la reacción, la mezcla se neutraliza mediante la adición de una solución acuosa de hidróxido de sodio.

D2 no contiene ninguna información que podría ligar la calidad y/o el rendimiento de los productos esterificados con el uso de catalizadores específicos de esterificación, tales como MSA con un contenido extraordinariamente bajo de sulfato y de cloro. Por el contrario, a fin de obtener productos esterificados con una alta pureza, y un número de color bajo, D2 propone alimentar una corriente de gas inerte al sistema de reacción, llevar a cabo la reacción de esterificación a temperaturas de reacción bajas y neutralizar la mezcla de reacción luego de la reacción con soda cáustica acuosa.

En este contexto, el párrafo 0012 de D2 establece que las temperaturas de reacción elevadas, es decir, por encima de 160º C, deberían evitarse en tanto a temperaturas por encima de 160º C la solución de la reacción se colorea formándose probablemente productos secundarios coloreados.

La calidad de los catalizadores de esterificación utilizados no se discute en D2.

En consecuencia, la persona medianamente versada en la materia concluiría a partir de D2 que la calidad de los catalizadores no es importante o al menos no parece tener una gran influencia sobre la pureza y el número de color de los productos esterificados. Luego, también de D2, el experto en el arte no encontraría absolutamente ningún incentivo para usar ácidos sulfónicos orgánicos como catalizadores de esterificación, tales como MSA teniendo un contenido extraordinariamente bajo de sulfato y de cloro.

Igualmente, la persona medianamente versada en la materia no recibiría ninguna indicación a partir de D2 acerca de que el uso de un ácido sulfónico orgánico altamente puro como catalizador de

esterificación podría ser ventajoso. Contrariamente a estas enseñanzas, mediante la utilización del proceso reivindicado en la presente solicitud, los productos resultantes de la esterificación se pueden producir con una elevada calidad y pureza y a elevadas temperaturas, esto es, temperaturas por encima de los 180º C (ver ejemplos 1, 3 y 4 a 7 de la solicitud). Este aspecto técnico conduce a tiempos de reacción más cortos y por lo tanto a rendimientos temporales más elevados.

En resumen, ni D1 ni D2 describen o sugieren que la utilización de ácido metansulfónico altamente puro como catalizador de esterificación podría ser beneficiosa. Tampoco se encuentra información en D1 y D2 que apunte a la estrecha relación que existe entre el contenido de sulfato y cloro de un dado catalizador de ácido sulfónico y la pureza y particularmente el número de color de los productos éster obtenidos.

Por lo tanto, D1 y D2 no afectan en absoluto la actividad inventiva del proceso reivindicado.

Ahora bien, como bien sabe la persona medianamente versada en la materia, los ácidos sulfónicos orgánicos, tales como el MSA, típicamente comprenden cantidades significativas de sulfato y/o cloro (cloruros y/o compuestos de cloro).

La presencia de sulfato y/o compuestos de cloro en estos catalizadores no puede ser evitada debido al método que se utiliza para su manufactura, en donde el cloro es utilizado como agente de oxidación y el ácido sulfúrico es un producto secundario.

Luego, un proceso completamente diferente (oxidación con aire) y una destilación se necesitan para producir ácidos sulfónicos que tengan un contenido reducido de sulfato y de cloro, esto es, un ácido metansulfónico que tenga un contenido de sulfato por debajo de las 50 ppm y un contenido de cloro por debajo de las 20 ppm.

De hecho, hasta donde conoce el Solicitante, BASF SE, es la única compañía que actualmente es capaz de producir ácido metansulfónico con esta calidad y a escala industrial (Lutropure MSA, BASF), como se puede observar a partir de la siguiente Tabla 1.

Tabla 1: Lista de MSA comercialmente disponible

Compañía	Nombre comercial	Contenido de sulfato	Contenido de cloro
BASF SE	Lutropure MSA	< 50 ppm	< 20 ppm

Arkema	MSA	110 ppm	23 ppm
Langfang Sanwei	MSA	107 ppm	240 ppm
Hebei Yanou	MSA	84 ppm	200 ppm
Quzhou Zongke	MSA	21 ppm	150 ppm
Xiaochang Jinji	MSA	98 ppm	600 ppm
Wuhan Heide	MSA	27 ppm	110 ppm
Hubei Spark	MSA	33 ppm	180 ppm

Por lo tanto, el MSA teniendo un contenido de sulfato por debajo de 50 ppm y un contenido de cloro por debajo de 20 ppm está lejos de ser un catalizador de esterificación convencional.

En tanto el efecto desventajoso del alto contenido de sulfato sobre la calidad de los productos esterificados no se discute en absoluto en D1 (de hecho, D1 aun enseña el uso del sulfúrico como catalizador de esterificación), la persona medianamente versada en la materia necesariamente asumiría que el MSA de uso común, que típicamente contiene elevados contenidos de sulfato y de cloro, es el catalizador utilizado en los proceso de D1. En particular, cuando D1 es un documento presentado hace casi 10 años.

Como se ha resaltado previamente, el fuerte impacto del contenido de sulfato y de cloro del catalizador ácido sobre la calidad y el número de color de los productos resultantes de la esterificación no ha sido revelado por el arte previo, ni por D1 ni por D2, y por lo tanto no podría haber sido esperado por la persona medianamente versada en la materia.

Por lo tanto, aun cuando el MSA altamente puro, teniendo un bajo contenido de sulfato y de cloro como se define en la reivindicación 1 que presentamos, hubiese estado disponible al momento de presentarse esta invención, el experto en el arte no hubiese aplicado este MSA en un proceso a escala industrial sin mediar un motivo significativo para hacerlo. El MSA altamente puro, con un contenido bajo de sulfato y de cloro como se define en la Reivindicación 1, es típicamente más caro que el MSA utilizado comúnmente debido a su proceso de producción.

En consecuencia, la persona medianamente versada en la materia no habría considerado utilizar este MSA altamente puro puesto que no hubiese esperado ningún beneficio en su utilización.

Por estos motivos adicionales considero nuevamente que D1 y D2 no afectan en absoluto la actividad inventiva del proceso reivindicado.

V. PETICIÓN

Puesto que se ha dado respuesta a todas las objeciones formuladas por la Dirección de Nuevas Creaciones, se solicita proceder al otorgamiento de la solicitud de patente.

VI. ANEXOS

1. Capítulo Reivindicatorio Modificado conformado por 15 reivindicaciones.

Señor Director,

ANDRÉS RINCÓN USCÁTEGUI

C.C. 79.780.910 de Bogotá

T.P. 114.908

COLO-16452-0841-0150-1

SAR\SAR\ID-301853\WPC16452

No. M-2018-301853\SAR