

REPÚBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Oficio N° 15409 de 29 de septiembre de 2021

Ref. Expediente N° NC2019/0008355

Señor(a)
ESENTTIA S.A.

TÍTULO DE LA SOLICITUD: “PROCESO DE EXTRACCIÓN, CUANTIFICACIÓN Y RECUPERACIÓN DE ADITIVOS EN POLIPROPILENO CON SOLVENTES NATURALES BIODEGRADABLES Y APROVECHAMIENTO DEL POLIPROPILENO RESULTANTE DE LAS MÚLTIPLES EXTRACCIONES”.

Como resultado del examen de patentabilidad realizado a la solicitud indicada en la referencia, atendiendo a lo consagrado en el artículo 45 de la Decisión 486 de 2000, se le comunica que esta Dirección ha encontrado que la materia objeto de solicitud no cumple con algunos requisitos establecidos en la Decisión, con fundamento en los siguientes aspectos:

1. Modificaciones presentadas (Art. 34 Decisión 486)

Se aceptan las modificaciones radicadas el 22 de febrero de 2021, bajo el número NC2019/0008355, por ajustarse a los requisitos legales.

2. Objeto de la invención

De acuerdo con lo establecido en el numeral 1.2.2.2 del Capítulo Primero del Título X de la Circular Única para efectos del examen de patentabilidad, cuando la solicitud contenga más de diez (10) reivindicaciones y no se haya pagado la tasa complementaria, sólo se estudiarán las cubiertas por la tasa pagada al momento de realizar el examen de patentabilidad consagrado en el artículo 45 de la Decisión 486.

Por lo tanto, se estudiarán las reivindicaciones 1 a 10 del radicado N° NC2019/0008355 del 22 de febrero de 2021.

El problema planteado en esta solicitud consiste en la necesidad de aportar una solución a la extracción, cuantificación y recuperación de aditivos que hacen parte de materiales poliméricos ya sean vírgenes o utilizados, sin emplear solventes orgánicos, que son resistentes a la biodegradación.

Para resolver este problema técnico, la solicitud en estudio proporciona un proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno con solventes naturales biodegradables y mezclas de los mismos, en donde el proceso de extracción comprende etapas de reciclado abierto, reciclado cerrado, ultrasonido, fluido supercrítico y microondas con etapas de extracción en fase sólida y purificación mediante columnas empacadas con materiales que permiten dicha extracción, cuantificación y recuperación.

3. De la solicitud de patente

3.1. Reivindicaciones (Art. 30 Decisión 486)

- La reivindicación 1 no es clara porque la etapa g que indica “g. *pirolisis del material de residuo sin aditivos.*”, no corresponde a una etapa del proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno y por lo tanto no es una



Oficio N° 15409 de 29 de septiembre de 2021

Ref. Expediente N° NC2019/0008355

característica esencial. De acuerdo con el preámbulo de la reivindicación el proceso solo va hasta la cuantificación, porque no comprende la purificación del polipropileno. Se sugiere eliminarla o modificar el preámbulo de la reivindicación.

- La reivindicación 1 no se encuentra acorde con el soporte presentado en la descripción al mencionar en la etapa c) “(...) en donde el solvente (I) es una mezcla de ciclohexano:1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno) (...)”, de acuerdo con la descripción el solvente (I) es solo limoneno (Párr. 028, 035).
- La reivindicación 1 no es clara en la etapa c) cuando menciona “(...) el solvente (II) es 1-Metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno) en proporciones que están entre 20:80 hasta 80:20”. Se sugiere completar indicando cuál es la mezcla, de acuerdo con el sustento en la descripción.
- Aunque las reivindicaciones 8 y 9 no hacen referencia al tiempo de proceso, de acuerdo con la descripción este es de 2 a 3 horas, por lo cual no es claro porque las reivindicaciones 7 a 10 repiten la misma información para las columnas 1 a la 4; “se realiza extracción sólido-liquido durante 2 a 3 horas” (Reivindicaciones 7, 10); “la columna (1, 2, 3,4) es calentada a una temperatura entre 40 y 70°C y se aplica energía por ultrasonido o radiación por microondas.” (Reivindicaciones 7 a 10). Se sugiere unificar las condiciones de operación en una sola reivindicación.

4. Determinación del Estado de la Técnica

La fecha para determinar el estado de la técnica es el 30 de julio de 2019 e la fecha de presentación nacional.

Consultadas las fuentes de información con que se cuenta, se encontraron los siguientes documentos que anticipan el objeto de esta solicitud:

Ítem	Documento	Título	Fecha de Publicación
D3	Nielson, R., <i>Journal of Liquid Chromatography</i>	“EXTRACTION AND QUANTITATION OF POLYOLEFIN ADDITIVES”	1991
D4	Achilias, D.S. et al. <i>Polymer Bulletin</i>	“RECYCLING OF POLYMERS FROM PLASTIC PACKAGING MATERIALS USING THE DISSOLUTION–REPRECIPITATION TECHNIQUE”	13 de mayo de 2009

D3¹ divulga un método de extracción separación y cuantificación de aditivos poliméricos en poliolefinas. Se realizaron pruebas de extracción con horno microondas y ultrasonido para polietileno de alta densidad (HDPE), polietileno de baja densidad (LDPE) y polipropileno; así como la identificación, cuantificación y recuperación de aditivos antioxidantes, como Irganox 1010, Irgafos 168 y Cyasorb UV 531 (Resumen).

D4² divulga un método de disolución y reprecipitación para el reciclaje de polímeros de envases de plástico de desecho utilizados en alimentos, productos farmacéuticos y detergentes. Inicialmente, el tipo de polímero en cada envase se identificó mediante FT-

¹Nielson, R. (1991). Extraction and quantitation of polyolefin additives. *Journal of Liquid Chromatography*, 14(3), pp. 503-519. Recuperado de: <https://doi.org/10.1080/01483919108049266>

²Achilias, D.S. et al. (2009). Recycling of polymers from plastic packaging materials using the dissolution–reprecipitation technique. *Polymer Bulletin* 63(3), pp 449-465. https://www.researchgate.net/publication/227002249_Recycling_of_polymers_from_plastic_packaging_materials_using_the_dissolution-reprecipitation_technique

Oficio N° 15409 de 29 de septiembre de 2021

Ref. Expediente N° NC2019/0008355

IR. Además, se establecieron las condiciones experimentales del reciclaje (incluido el tipo de disolvente/ no disolvente, concentración inicial de polímero y temperatura de disolución). El método de disolución y reprecipitación se aplicó en el reciclaje de una serie de materiales plásticos a base de polietileno (LDPE y HDPE), polipropileno, poliestireno, poli (tereftalato de etileno) y poli (cloruro de vinilo) (Resumen).

5. Examen de Patentabilidad (Art. 14 Decisión 486)

5.1. Nivel Inventivo (Art. 18 Decisión 486)

La reivindicación 1 consiste en: “Un proceso de extracción, cuantificación y recuperación de aditivos en polipropileno con solventes naturales biodegradables caracterizado porque comprende las siguientes etapas: (...)” (Radicado N° NC2019/0008355 del 22 de febrero de 2021).

Tabla 1. Comparación de las características técnicas esenciales, con las del estado de la técnica:

Características esenciales	D3	D4
Método	Método	Método
a) Lavado del material plástico (A)	_____	_____
b) Molienda El material (A) hasta tamaño de partícula 10 a 500 micras	Molienda malla 20 (aprox. 840 micras) (Pág. 510, Párr. 0001)	_____
c) Extracción El material (A) de la etapa b) se transfiere a la columna (1), luego (A') pasa a la columna (2), luego (A''), pasa a la columna (3) y luego (A''') pasa a la columna (4) Solvente (I) ciclohexano: limoneno Solvente (II) limoneno 20:80 hasta 80:20 Solvente (III) Tolueno: ciclohexano 20:80 hasta 80:20 Solvente (IV) Tolueno: limoneno 20:80 hasta 80:20	Extracción asistida por microondas con solventes y extracción por ultrasonido Mezcla 1 Ciclohexano: Isopropanol (IPA) 90: 10 Mezcla 2 Ciclohexano: alcohol isopropílico 50: 50 Mezcla 3 Cloruro de metileno : ciclohexano 75:25 Mezcla 4 Cloruro de metileno:IPA 98:2 (Pág. 508, Párr. 0002)	Extracción del polímero en solventes y reprecipitación Solventes tolueno, xileno, diclorometano, alcohol bencílico, n-hexano, metanol, tetrahidrofurano, D-limoneno (Pág. 451, Párr. 0004)
d) Extracción en columnas empacadas, el solvente (I), (II), (III) y (IV) de las columnas (1), (2), (3) y (4), se pasa a su respectiva columna empacada (1'), (2'), (3') y (4') y se obtienen los aditivos de cada columna empacada (1'), (2'), (3') y (4')	Extracción y/o separación por cromatografía líquida (Pág. 509, Párr. 0002)	_____
e) Cristalización de los aditivos	_____	_____

Oficio N° 15409 de 29 de septiembre de 2021

Ref. Expediente N° NC2019/0008355

f) Cuantificación de los aditivos obtenidos	Cuantificación (Pág. 511, Tabla IV, Tabla VI)	
---	--	--

D3 se considera el estado de la técnica más cercano a la invención definida en la reivindicación 1 porque divulga un proceso de extracción, identificación y cuantificación de aditivos de polipropilenos, cuyo material es preparado inicialmente mediante molienda utilizando molino Wiley, a malla 20 (aprox. 840 micras), (Pág. 510, Párr. 0001) y se realiza extracción asistida por microondas con solventes y extracción por ultrasonido, (Pág. 508, Párr. 0002); posteriormente los extractos obtenidos son identificados y cuantificados mediante cromatografía líquida (Pág. 509, Párr. 0002; Pág. 511, Tabla IV; Pág. 512, Tabla VI). Los estudios mostraron dos formas rápidas de extraer y cuantificar los niveles de antioxidantes típicos presentes en polietileno de alta y baja densidad, así como también en el polipropileno. La extracción con ultrasonido es sencilla y requiere pocos materiales y la extracción con microondas permite que las extracciones se realicen más rápidamente, pero a un costo inicial mucho más alto. Se pueden extraer hasta 12 muestras a la vez en el horno, y el manejo de la muestra es bastante sencillo. Ambas técnicas permiten un gran ahorro de tiempo en comparación con la extracción convencional de Soxhlet (Pág. 518, Párr. 0004).

La diferencia entre la invención definida en la reivindicación 1 y el proceso divulgado en D3 consiste en lavar el material plástico, incluir mezclas de solventes de extracción que incluyen limoneno, emplear un sistema de extracción de múltiples columnas y cristalizar los aditivos.

No hay efecto técnico asociado a lavar el material plástico, incluir limoneno como solvente de extracción, emplear un sistema de extracción de múltiples columnas y cristalizar los aditivos.

Sin embargo, el incluir limoneno como solvente de extracción, ya está divulgado en D4 que se refiere a un método de reciclaje de polímeros de materiales de embalaje por disolución - reprecipitación, durante esta técnica, el polímero se puede separar y reciclar utilizando un sistema solvente - no solvente. El proceso incluye una etapa de tratamiento de los residuos plásticos con disolventes para que los materiales poliméricos se disuelvan y luego recuperación por reprecipitación (Pág. 450, Párr. 0003). Los solventes empleados para el tratamiento fueron tolueno, xileno, diclorometano, alcohol bencílico, n-hexano, metanol, tetrahidrofurano y D-limoneno (Pág. 451, Párr. 0004). Las ventajas de usar D-limoneno además de su origen natural incluyen el empleo de una temperatura de disolución baja (condiciones ambiente), alta solubilidad (casi igual al tolueno) necesidad de un bajo tiempo de disolución (un 5% en peso de EPS se puede disolver en solo 10 min) y alta selectividad. En este caso no es necesario el uso de un no solvente, ya que el solvente puede ser adicionalmente eliminado por destilación al vacío (Pág. 456, Párr. 0001). En algunos casos la baja recuperación del polímero puede atribuirse a los aditivos (es decir, plastificantes, etc.) presentes en los envases de desecho que son eliminados durante el procedimiento de reciclaje (Pág. 456, Párr. 0003). Es importante resaltar que a pesar de que los documentos no enseñen las etapas de cristalizar y emplear varias columnas para la separación de una mezcla multicomponentes, estas corresponden a etapas de métodos de purificación ampliamente conocidas por la persona del oficio

Oficio N° 15409 de 29 de septiembre de 2021

Ref. Expediente N° NC2019/0008355

normalmente versada en la materia^{3,4}. Y lavar el material plástico y ajustar las proporciones de solventes corresponde a modificaciones rutinarias que realiza sin mucho esfuerzo la persona del oficio con una expectativa razonable de éxito de conservar las propiedades enseñadas en D3. Adicionalmente es necesario tener en cuenta que agregar etapas conocidas en procesos sin un efecto inesperado, es un indicio de falta de nivel inventivo.

En consecuencia, la persona normalmente versada en la materia, estaría motivada a emplear el limoneno como solvente de extracción de D4, junto con modificaciones rutinarias y su conocimiento medio, en el proceso de D3, para así llegar al objeto de la reivindicación 1. Por lo cual se considera obvia.

Las reivindicaciones dependientes 2 a 10 no mencionan alguna característica que, junto con las características de la reivindicación independiente, aporte nivel inventivo al proceso de la reivindicación 1, por lo cual se considera que no tienen nivel inventivo.

6. Conclusión con respecto a nivel inventivo

Los requisitos de Patentabilidad de la presente solicitud están afectados así:

Ítem	Documento	Reivindicaciones afectadas	Requisito que afecta
D3	Nielson, R., <i>Journal of Liquid Chromatography</i>	1 a 10	Nivel Inventivo
D4	Achilias, D.S. et al. <i>Polymer Bulletin</i>	1 a 10	Nivel inventivo

7. Respuesta a los argumentos del solicitante

El solicitante argumenta que *“Por tanto, la persona medianamente versada en la materia que conociera los documentos D1 y D2 y los combinara con sus conocimientos promedio no encontraría la manera de recuperar los aditivos específicos tales como (...)y resina virgen de un material como polipropileno y aprovechamiento de dicho material resultante de dichas múltiples extracciones para reprocesar o pirolisar.”*

Se aclara que, D1 y D2 se emplearon para evaluar el nivel inventivo en el examen de patentabilidad en el 14774 de 25 de noviembre de 2020. Tras el memorial presentado el 22 de febrero de 2021, se evalúa el nivel inventivo de la presente solicitud, empleando D3 y D4 como se observa en el numeral 5 del presente Oficio.

En cumplimiento del artículo 45 de la Decisión 486 de 2000, se le indica que debe dar respuesta dentro del término de sesenta (60) días contados a partir de la fecha de notificación de la presente comunicación. En caso de no dar respuesta al presente requerimiento, o si a pesar de la respuesta subsistieran los impedimentos para la concesión, se denegará la patente.

³ Yu, Z. Q. (2007). Recent Advances in Crystallization control: An Industrial Perspective *Chemical Engineering Research and Design*, 85(7) pp. 893-905. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0263876207731246>

⁴Hatanaka, T. et al. (1992). A New Process for Multicomponent Continuous Separation by Combining Multiple Liquid Chromatography Columns. *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 25(1) pp 78-83. https://www.jstage.jst.go.jp/article/jcej/25/1/25_1_78/_article/-char/en

Oficio N° 15409 de 29 de septiembre de 2021

Ref. Expediente N° NC2019/0008355

Si como respuesta a este requerimiento, el solicitante modifica el capítulo reivindicatorio, deberá observar las instrucciones contenidas en el numeral 1.2.2.1.1., del Capítulo Primero del Título X de la Circular Única de esta Superintendencia. De igual forma, deberá tener presente que de conformidad con el literal a) del numeral 1.2.2.5.1. de la norma ibidem, será necesario acreditar el pago de la tasa por concepto de modificación a solicitudes en trámites, de conformidad con el valor establecido en la resolución de tasas vigentes.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 6.2 del Capítulo Sexto del Título I de la Circular Única, informándoles que contra el mismo no procede recurso alguno en actuación administrativa.



Edna Marcela Ramirez Orozco
DIRECTORA DE NUEVAS CREACIONES



Oficio N° 15409 de 29 de septiembre de 2021

Ref. Expediente N° NC2019/0008355

**INFORME DE BÚSQUEDA
EXAMEN DE PATENTABILIDAD**

Solicitud No.		Examen de patentabilidad							
NC2019/0008355		1°		2°	X	3°		Revoca	
Fecha de determinación estado de la técnica				Prioridad			Presentación		
30 de julio de 2019							X		
Solicitante									
ESENTTIA S.A.									
Reivindicaciones que no son objeto de búsqueda por:									
Art. 14	-	Art. 15	-	Art. 20	-	Art. 25 (Falta de unidad de invención)		-	

CRITERIOS DE BÚSQUEDA	
Reivindicaciones objeto de búsqueda	1-10
Palabras clave utilizadas	Polymer, polyolefin, plastic, extraction, quantification, recovery, additives, polypropylene, biodegradable, solvents, recycling, soxhlet, ultrasound, supercritical fluid, microwaves, solid phase extraction, purification, packed columns, limonene, cyclohexane, toluene
Clasificaciones utilizadas para la búsqueda	CIP: B29B 17/02, C08J 11/10, C08L 23/12, G01N 1/00, G01N 33/00, C08L 23/00
	CPC:

DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES (Documentos patente, Literatura no patente (LNP): Artículos, catálogos, etc.)					
Informes de búsqueda / Bases de datos consultadas	N° de solicitud de patente / N° de patente / Autor LNP ⁽¹⁾	Fecha de Publicación /Presentación (DD/MM/AA AA)	Reivindicaciones /Secuencias afectadas	Citas relevantes del estado de la técnica	Categoría del documento citado ⁽²⁾
ISA	Carrott, M. et al. ⁽¹⁾	1998	-	-	A
	Okamoto, D. et al. ⁽²⁾	2006	-	-	A
	Li, B. et al. ⁽³⁾	2015	-	-	A
	Möller, J. et. al. ⁽⁴⁾	2008	-	-	A
Google Académico	Nielson, R. ⁽⁵⁾	1991	1- 10	(Pág. 509, Párr. 0002, Pág. 508, Párr. 0002, Pág. 510, Párr. 0001)	Y
	Hatanaka, T. et al ⁽⁶⁾	1992	-	-	A
	Haider, N. et al. ⁽⁷⁾	1999	-	-	A
	Garrido, A. et. al. ⁽⁸⁾	2005	-	-	A
	Achilias, D.S. et al. ⁽⁹⁾	2009	1 - 10	(Pág. 451, Párr. 0004, Pág. 456, Párr. 0001, Párr. 0003)	Y
	Sternbauer, L. et. al. ⁽¹⁰⁾	2013	-	-	A
Patbase	US5863002	26/01/1999	-	-	A
	CR7257	29/04/2004	-	-	A
	WO2008064012	29/05/2008	-	-	A
	US20150021422	22/01/2015	-	-	A
	WO2017070762	4/05/2017	-	-	A
Derwent	CN101631911	20/01/2010	-	-	A
	US6369192	9/04/2002	-	-	A
	US2006281896	14/12/2006	-	-	A

Oficio N° 15409 de 29 de septiembre de 2021

Ref. Expediente N° NC2019/0008355

STNext	US20060223980	5/10/2006	-	-	A
	JP2016173328	29/09/2016	-	-	A
(¹) Cita completa literatura no patente (LNP) Apellido, A. A. (Fecha). Título del artículo. Nombre de la revista. Volumen(Número), pp-pp. O Apellido, A. A. (Fecha). Título del artículo. Nombre de la revista. Recuperado de http://xxxxxxx.		(1)Carrott, M. et al. (1998). Identification and analysis of polymer additives using packed-column supercritical fluid chromatography with APCI mass spectrometric detection. <i>Analyst</i>, 123(9) pp 1827 - DOI: 10.1039/a803922d (2)Okamoto, D. et al. (2006). Development of supercritical fluid extraction coupled to comprehensive two-dimensional supercritical fluid chromatography (SFE-SFCxSFC), <i>Analytical Sciences: The International Journal of the Japan Society for Analytical Chemistry Japan</i>, 22(11), pp 1437 - 1440. Recuperado de: https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/17099275/ (3)Li, B. et al. (2015). Determination of Polymer Additives-Antioxidants, Ultraviolet Stabilizers, Plasticizers and Photoinitiators in Plastic Food Package by Accelerated Solvent Extraction Coupled with High-Performance Liquid Chromatography. <i>Journal of Chromatographic Science</i>, 53(6) pp 1026 - 1035, DOI: 10.1093/chromsci/bmu159 (4)Möller, J. et. al. (2008) Comparison of extraction methods for sampling of low molecular compounds in polymers degraded during recycling. <i>European Polymer Journal</i>, 44 pp. 1583–1593. doi:10.1016/j.eurpolymj.2008.03.027 (5)Nielson, R. (1991). Extraction and quantitation of polyolefin additives. <i>Journal of Liquid Chromatography</i>, 14(3), pp. 503-519. Recuperado de: https://doi.org/10.1080/01483919108049266 (6)Hatanaka, T. et al. (1992). A New Process for Multicomponent Continuous Separation by Combining Multiple Liquid Chromatography Columns. <i>Journal of Chemical Engineering of Japan</i>, 25(1), pp 78-83. https://www.jstage.jst.go.jp/article/jcej/25/1/25_1_78/article-char/en (7)Haider, N. et al. (1999) .A rapid ultrasonic extraction technique to identify and quantify additives in poly(ethylene). <i>Analyst</i>, 124, pp 797–800. https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/1999/an/a809025d (8)Garrido, A. et. al. (2005). Experimental design approach for the optimisation of pressurised fluid extraction of additives from polyethylene films. <i>Journal of Chromatography A</i>, 1099 pp. 75–83. https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/16330274/ (9)Achilias, D.S. et al. (2009). Recycling of polymers from plastic packaging materials using the dissolution–reprecipitation technique. <i>Polymer Bulletin</i> 63(3), pp 449-465. https://www.researchgate.net/publication/227002249_Recycling_of_polymers_from_plastic_packaging_materials_using_the_dissolution-reprecipitation_technique (10) Sternbauer, L. et. al. (2013) Evaluation of a microwave assisted extraction prior to high performance liquid chromatography for the determination of additives in polyolefins. <i>Polymer Testing</i>, 32 pp 901–906 https://www.researchgate.net/publication/236881384_Evaluation_of_a_micro_wave_assisted_extraction_prior_to_high_performance_liquid_chromatography_for_the_determination_of_additives_in_polyolefins			
(²) Categorías de documentos citados					
“A” Documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante. “E” Solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior. “L” Documento citado para llamar la atención sobre por ejemplo, dudas acerca de una reivindicación de prioridad o para determinar la fecha de publicación de otra cita, siempre van acompañados de una explicación, por la cual se citan. “O” Documento del tipo actas de conferencia, este tipo de documentos siempre estará acompañado por otra letra que indique la pertinencia del documento, por ejemplo, O,X, O,Y o bien O,A. “P” Documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada. “T” Documento publicado en fecha posterior a la de presentación o la de prioridad de la solicitud internacional y no entra en conflicto con dicha solicitud, pero puede ser útil para la mejor comprensión del principio o teoría en que se basa la invención, o para demostrar que el razonamiento o los hechos en los que se basa dicha invención son incorrectos. “X” Documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado. “Y” Documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.					
Fecha del reporte de búsqueda: (23/08/2021)					
Examinador: Nubia Milena Pinzon Ibañez					