

REPÚBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Oficio N° 20180 de 9 de diciembre de 2022

Ref. Expediente N° NC2019/0015011

Señores

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA, ECOPETROL S.A.

TÍTULO DE LA SOLICITUD: “GENERACIÓN DE MESOPOROS EN ZEOLITAS MEDIANTE TRATAMIENTO HIDROTERMICO CON PRESERVACIÓN DE LA ACIDEZ”

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. Objeto de la invención

El problema planteado consiste en la necesidad de generar mesoporosidad en zeolitas que permitan mejorar la actividad de los catalizadores obtenidos.

Para resolver dicho problema técnico, la solicitud en estudio plantea un método para generar porosidad en zeolitas al ponerlas en contacto con sales de vanadio preservando la acidez de la misma.

2. Reivindicaciones estudiadas

El presente estudio se basa en el capítulo reivindicatorio presentado el 30 de diciembre de 2019.

3. De la solicitud de patente

3.1. Reivindicaciones

Teniendo en cuenta lo establecido en el artículo 30 de la Decisión 486 de 2000 de la Comisión de la Comunidad Andina:

"Las reivindicaciones definirán la materia que se desea proteger mediante la patente. Deben ser claras y concisas y estar enteramente sustentadas por la descripción. (...)"

La reivindicación 1 no es clara porque al tratarse de reivindicaciones de tipo procedimiento debe definirse por una serie de etapas lógicas y condiciones en cada una de ellas, pero en el presente caso no se están mencionando la secuencia de etapas de una forma clara, sino que se incluyen cómo etapas características de los materiales o precursores. Adicionalmente se incluyen realizaciones preferidas (cómo el estado de oxidación del vanadio), las cuales deben deberían incluir cómo reivindicaciones dependientes.

Oficio N° 20180 de 9 de diciembre de 2022

Ref. Expediente N° NC2019/0015011

La reivindicación 1 no es concisa puesto que repite etapas que cumplen el mismo objetivo como poner en contacto la zeolita con la sal de vanadio y adicionar el vanadio a la zeolita. En la etapa g de la reivindicación 1, no se entiende a que se refieren los pasos 1 y 2. En la etapa h, si el tiempo de reacción no es crítico, no debería estar incluida en la reivindicación 1, adicionalmente dicha frase debería ser eliminada del capítulo reivindicatorio y solo referirse al tiempo de reacción.

Teniendo en cuenta lo anterior, este Despacho sugiere la siguiente modificación para la reivindicación 1:

“Un proceso para la generación de mesoporos (...) caracterizado porque comprende las siguientes etapas:

- a. Seleccionar zeolita pristina en su forma sólida como material de partida, donde la zeolita se selecciona de (...);*
- b. Seleccionar una sal de vanadio, en donde la sal de vanadio se selecciona de (...);*
- c. Adicionar de forma controlada la sal de vanadio al material zeolítico;*
- d. Realizar el Intercambio iónico entre los iones de la zeolita y los iones de vanadio de la disolución; el cual se lleva a cabo por (...);*
- e. Separar la disolución acuosa que contiene los iones alcalinos que se han intercambiado y el exceso de iones de vanadio que no se intercambiaron para obtener una pasta de zeolita que contiene vanadio;*
- f. Someter a tratamiento térmico o hidrotérmico la pasta de zeolita a una temperatura de entre 450 a 700 °C por entre 5 a 10 horas;*
- g. Remover el vanadio de la zeolita con disoluciones de (...);*
- h. Someter a intercambio iónico la zeolita mesoporosa obtenida con iones de amonio;*
- i. Someter a un proceso térmico la zeolita amónica”*

Se sugiere incluir demás características del proceso en reivindicaciones dependientes o mantenerlas en la reivindicación 1 de acuerdo con lo deseado por el solicitante. Por ejemplo, en la etapa f sugerida, se incluyen las condiciones de tiempo y temperatura esenciales para llevar a cabo el hidrotratamiento, y se sugiere incluir en reivindicaciones dependientes demás características como que se hace el hidrotratamiento en presencia de vapor de agua y la rampa de calentamiento.

El capítulo reivindicatorio no es claro puesto que las reivindicaciones dependientes abarcan más materia que la reivindicación independiente 1. A modo de ejemplo, en la reivindicación 1 se menciona que se remueve el vanadio de la zeolita con disoluciones de NaOH e hipoclorito de sodio, pero en la reivindicación 9 se menciona otra lista de ácidos como EDTA y HCl. Esto se evidencia en todas las demás reivindicaciones dependientes.

La reivindicación 10 no es clara porque al ser una reivindicación tipo composición, debe definirse por el número de componentes y proporciones en que se encuentra cada uno de ellos, pero en este caso solo se refiere a parámetros como el área BET (entre otros). Se sugiere escribir la reivindicación 10 como una reivindicación de producto por proceso, dependiente del método reclamado.

Se sugiere reescribir el capítulo reivindicatorio teniendo en cuenta las sugerencias planteadas y la materia que se encuentra enteramente sustentada en la descripción.

En consecuencia, es necesario que allegue las aclaraciones o modificaciones correspondientes para dar cumplimiento a lo establecido en el citado artículo.

Oficio N° 20180 de 9 de diciembre de 2022

Ref. Expediente N° NC2019/0015011

4. Determinación del Estado de la Técnica

La fecha para determinar el estado de la técnica es el 30 de diciembre de 2019, que corresponde a la fecha de presentación.

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
D1	Sen, T., et al	"INCORPORATION OF VANADIUM IN ZEOLITE LATTICES: STUDIES OF THE MEL (ZSM-11) SYSTEM"	1995
D2	Pimenta, R. D. M., et al	" EFFECT OF VANADIUM CONTAMINATION ON H-ZSM-5 ZEOLITE DEACTIVATION"	2008

D1¹ divulga la incorporación de Vanadio en zeolitas, particularmente en el sistema MEL (ZSM-11); La síntesis de las muestras A-E de V-MEL (Tabla 1) se realizó por métodos hidrotermales utilizando geles de las siguientes composiciones: SiO₂:0.2 TBA:xVO₂:30 H₂O, donde x) 0.025, 0.0125, 0.0091 y 0.00625 y TBA es hidróxido de tetrabutilamonio. (Resumen, sección experimental).

D2² divulga un estudio en donde se desactivó una serie de zeolita H-ZSM-5 mediante impregnación con vanadio seguida de un tratamiento con vapor. Las propiedades texturales y la acidez total medidas por craqueo con n-hexano se determinaron antes y después del tratamiento hidrotérmico (vaporización). Después de la impregnación con vanadio, se observó una disminución en la conversión de n-hexano, lo que sugiere envenenamiento de sitios ácidos por especies de vanadio. El tratamiento con vapor dio como resultado una disminución adicional en la actividad de n-hexano que probablemente puede atribuirse al proceso de desaluminación que tiene lugar durante el tratamiento con vapor. El proceso de desaluminación presentó evidencias de ser asistido por vanadio, aunque las selectividades de los productos del craqueo de n-hexano no se vieron significativamente afectadas. (Referencia).

5. Examen de Patentabilidad

De acuerdo con lo establecido en el artículo 14 de la Decisión 486 de 2000 de la Comisión de la Comunidad Andina, en el cual se establecen los requisitos de patentabilidad objeto de la solicitud en estudio, esta Oficina presenta a continuación el análisis de los requisitos de patentabilidad.

¹Sen, T., Ramaswamy, V., Ganapathy, S., Rajamohanam, P. R., & Sivasanker, S. (1996). *Incorporation of Vanadium in Zeolite Lattices: Studies of the MEL (ZSM-11) System. The Journal of Physical Chemistry*, 100(9), 3809–3817. doi:10.1021/jp953159k

²Pimenta, R. D. M., Pereira, M. M., Nascimento, U. do, Gorne, J., Bernadete, E., & Lau, L. Y. (2008). *Effect of vanadium contamination on H-ZSM-5 zeolite deactivation. Catalysis Today*, 133-135, 805–808. doi:10.1016/j.cattod.2007.12.098.

Oficio N° 20180 de 9 de diciembre de 2022

Ref. Expediente N° NC2019/0015011

5.1. Novedad

Teniendo en cuenta lo señalado en el artículo 16 de la Decisión 486 de 2000 de la Comisión de la Comunidad Andina, la reivindicación independiente 10 (NC2019/0015011 del 30 de diciembre de 2019) refiere a: *“Una zeolita mesoporosa de alta acidez mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez caracterizado porque presenta las siguientes características (...)”*. A continuación, se presenta la tabla comparativa entre el objeto reivindicado y los documentos encontrados en el estado de la técnica:

CARACTERÍSTICAS ESENCIALES	D2
Una zeolita mesoporosa de alta acidez mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez caracterizado porque presenta las siguientes características	Zeolita mesoporosa ácida (Tabla 2)
Un área BET entre 600 -800 m2/g	área BET 691 m2/g (Tabla 2)
Un volumen de microporo entre 0,2-0,4 cm3/g	Volumen de microporo 0.2951 cm3/g (Tabla 2)

De acuerdo con la comparación realizada anteriormente se concluye que la materia de la reivindicación 1 no es nueva.

Adicionalmente, si bien D2 no menciona explícitamente demás parámetros reclamados como la acidez, cristalinidad, el área de microporo, el área superficial externa y concentración de vanadio (p/p), se esperaría con toda probabilidad que dichos parámetros tuvieran el mismo valor en caso tal de que fueran medidos.

5.2. Nivel Inventivo

Teniendo en cuenta lo señalado en el artículo 18 de la Decisión 486 de 2000 de la Comisión de la Comunidad Andina, la reivindicación independiente 1 (NC2019/0015011 del 30 de diciembre de 2019) refiere a: *“Un proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez caracterizado porque comprende las siguientes etapas: (...)”*. A continuación, se presenta la tabla comparativa entre el objeto reivindicado y los documentos encontrados en el estado de la técnica:

CARACTERÍSTICAS ESENCIALES	D1
Un proceso para la generación de mesoporos en zeolitas mediante tratamiento hidrotérmico con preservación de la acidez caracterizado porque comprende las siguientes etapas:	Proceso de síntesis de zeolitas ácidas: (sección experimental)
El material zeolítico se pone en contacto con sales de vanadio en estados de oxidación +4 -Zeolita: NaY, NaX NaMor, NaMFI -Fuente de vanadio: VOSO ₄ 0,01% a 2%	El material zeolítico se pone en contacto con sales de vanadio en estados de oxidación +4 -Zeolita: MEL -Fuente de vanadio: VOSO ₄ 0.025, 0.0125, 0.0091 y 0.00625 mol (sección experimental)
Intercambio iónico 0-120°C	Intercambio iónico Temperatura ambiente (sección experimental)



Oficio N° 20180 de 9 de diciembre de 2022

Ref. Expediente N° NC2019/0015011

Separar la zeolita de la disolución de intercambio	----
Someter la zeolita a hidrotratamiento 450°C-700°C 5-10h	Someter la zeolita a hidrotratamiento 500°C 10h (Sección experimental)
Remover el vanadio t: 1-3 minutos T: ambiente a 150°C 0,005M a 2M	Remover el vanadio y T:ambiente 1 N NH ₄ OAc hacer un intercambio con iones amonio (Sección experimental)
Intercambio iónico de la zeolita mesoporosa a la que se le ha removido el vanadio con iones amonio	
Someter a tratamiento térmico la zeolita 400-800°C	Someter a tratamiento térmico la zeolita 450°C (Sección experimental)

D1 es considerado como el estado de la técnica más cercano a la invención definida en la reivindicación 1, ya que divulga la incorporación de Vanadio en zeolitas, particularmente en el sistema MEL (ZSM-11); La síntesis de las muestras A-E de V-MEL (Tabla 1) se realizó por métodos hidrotermales utilizando geles de las siguientes composiciones: SiO₂:0.2 TBA:xVO₂:30 H₂O, donde x) 0.025, 0.0125, 0.0091 y 0.00625 y TBA es hidróxido de tetrabutylamonio. (Resumen, sección experimental)

La diferencia entre la invención definida entre la reivindicación 1 y el método divulgado en D1, consiste en que se separa la zeolita sometida al intercambio iónico con vanadio de la solución de intercambio antes de ser sometida al hidrotratamiento.

No se evidencia un efecto asociado al incluir una etapa de separación previa de la zeolita antes del hidrotratamiento.

Por lo tanto, el problema técnico objetivo que pretende resolver esta invención se puede formular así: ¿Cómo modificar el método conocido en D1 con el fin de obtener un método alternativo?

Sin embargo, el incluir una etapa de separación previa de la zeolita y la solución de intercambio antes del hidrotratamiento se encuentra sugerido en el estado del arte³ mencionan detalladamente la etapa de intercambio iónico en una zeolita con ADMP, y en esta menciona que se centrifuga la solución y la zeolita para obtener el precipitado de zeolita que posteriormente es sometida a un tratamiento hidrotérmico (Pág. 31)

En consecuencia, la persona normalmente versada en la materia estaría motivada a incluir una etapa de separación previa de la zeolita y la solución de intercambio antes del hidrotratamiento en de D1, de acuerdo con sus conocimientos previos, para así llegar al objeto de la reivindicación 1. Por lo cual se considera obvia.

Las reivindicaciones dependientes 2 a 9 no mencionan alguna característica que, junto con las características de la reivindicación independiente, aporte nivel inventivo al producto de la reivindicación 1, por lo cual se considera que carece de nivel inventivo.

3 Camila Andrea Arévalo Laitón & Elizabeth Azuero Santana ; Modificación y caracterización de zeolitas Y por tratamiento hidrotérmico. Nov 2019. Trabajo de grado. UDCA. Recuperado de : <https://repository.udca.edu.co/bitstream/handle/11158/2746/MODIFICACI%C3%93N%20Y%20CARACTERIZACI%C3%93N%20DE%20ZEOLITAS%20Y%20POR%20TRATAMIENTO%20HIDROT%C3%89RMICO.pdf?sequence=1&isAllowed=y>



Oficio N° 20180 de 9 de diciembre de 2022

Ref. Expediente N° NC2019/0015011

6. Conclusión

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

Ítem	Documento	Reivindicaciones afectadas	Requisito que afecta
D1	Sen, T., et al	1 a 9	Nivel inventivo
D2	Pimenta, R. D. M., et al	10	Novedad

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.

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° 20180 de 9 de diciembre de 2022

Ref. Expediente N° NC2019/0015011

INFORME DE BÚSQUEDA
EXAMEN DE PATENTABILIDAD

Solicitud No.		Examen de patentabilidad							
NC2019/0015011		1°	X	2°		3°		Revoca	
Fecha de determinación estado de la técnica (DD/MM/AÑO)				Prioridad		Presentación			
30/12/2019						X			
Solicitante									
UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA, ECOPETROL 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				zeolite, acid*, hydrothermal, vanadium, porosity, catalyst, BET area, ammonium, porous, mesoporous.					
Clasificaciones utilizadas para la búsqueda				CIP:	B01J 29/06, C01B 39/00, C01B 39/48, C01B 39/54, C01B 39/02, B01J 29/08, C01B 39/20, C01B 39/24, B01J 35/10				
				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/AAAA)	Reivindicaciones /Secuencias afectadas	Citas relevantes del estado de la técnica			Categoría del documento citado ⁽²⁾		
Patbase	US2002004446	10/01/2002	-	-			A		
	US4906599	06/03/1990	-	-			A		
	WO9211920	23/07/1992	-	-			A		
STN	WO2006065311	22/06/2006	-	-			A		
	EP1060021A1	20/12/200	-	-			A		
DERWENT	WO2014027207A1	20/02/2014	-	-			A		
	GB2464478A	21/04/2010	-	-			A		
	CN105749960A	13/07/2016	-	-			A		
SIPI	14158967	22/07/2014	-	-			A		
	09012321	09/02/2009	-	-			A		
GoogleAcademic	Liu X et al	2017	-	-			A		
	Sen T et al	1996	1-9	Resumen, experimental			Y		
	Pimienta et al	2008	10	Resumen, tabla 2			X		
Google Patents	EP0063712	03/11/1982	-	-			A		
(1) Cita completa literatura no patente (LNP)		Liu, X., Zhong, S., Yang, F., Su, H., Lin, W., Chen, J., ... Kong, Y. (2017). <i>Template-Free Synthesis of High-Content Vanadium-Doped ZSM-5 with Enhanced Catalytic Performance</i> . <i>ChemistrySelect</i> , 2(35), 11513–11520. doi:10.1002/slct.201702192							
Apellido, A. A. (Fecha). Título del artículo. Nombre de la revista. Volumen(Número), pp-pp.		Sen, T., Ramaswamy, V., Ganapathy, S., Rajamohanan, P. R., & Sivasanker, S. (1996). <i>Incorporation of Vanadium in Zeolite Lattices: Studies of the MEL (ZSM-11) System</i> . <i>The Journal of Physical Chemistry</i> , 100(9), 3809–3817. doi:10.1021/jp953159k							
O		Pimenta, R. D. M., Pereira, M. M., Nascimento, U. do, Gorne, J., Bernadete, E., & Lau, L. Y. (2008). <i>Effect of vanadium contamination on H-ZSM-5 zeolite deactivation</i> . <i>Catalysis Today</i> , 133-135, 805–808. doi:10.1016/j.cattod.2007.12.098							
Apellido, A. A. (Fecha). Título del artículo. Nombre de la revista. Recuperado de http://xxxxxxx.		Camila Andrea Arévalo Laitón & Elizabeth Azuero Santana ; Modificación y caracterización de zeolitas Y por tratamiento hidrotérmico. Nov 2019. Trabajo de grado. UDCA.							
(2) Categorías de documentos citados									
“A” Documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.					“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				
“E” Solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.									



Oficio N° 20180 de 9 de diciembre de 2022

Ref. Expediente N° NC2019/0015011

“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.	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: (02/12/2022)	

