

REPÚBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Oficio N° 10826 de 29 de junio de 2023

Ref. Expediente N° NC2020/0012385

Señores
ECOPETROL S.A.

TÍTULO DE LA SOLICITUD: “MÉTODO DE OBTENCIÓN DE ÓXIDOS DE PRECURSORES DE CARBONO DERIVADOS DE LA INDUSTRIA PETROLEO Y GAS Y SUS PRODUCTOS”

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 obtener de diferentes óxidos de materiales basados en carbono mediante procesos de transformación por oxidación de precursores obtenidos de procesos de mejoramiento y refinación de crudos pesados para ser usados como aditivos y precursores para diferentes tipos campos de aplicación.

Para resolver dicho problema técnico, la solicitud en estudio plantea un método para obtener materiales similares a óxidos de grifen a partir de asfáltenos y coque, en donde el método comprende los pasos de preparación del precursor de carbono (asfaleno, coque), oxidación del precursor de carbono, recuperación y purificación de los óxidos obtenidos.

2. Reivindicaciones estudiadas

El presente estudio se basa en el capítulo reivindicatorio presentado el 01 de octubre de 2020.

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, 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° NC2020/0012385 del 01 de octubre de 2020. Sin embargo, las reivindicaciones 11 y 12 no tienen unidad de invención.

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:

Oficio N° 10826 de 29 de junio de 2023

Ref. Expediente N° NC2020/0012385

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

Esta oficina informa que:

El capítulo reivindicatorio no es claro, toda vez que los elementos esenciales de la invención, que deberían ser parte de la reivindicación principal, se encuentran distribuidos en diferentes reivindicaciones. De acuerdo con lo anterior, se sugiere replantear el capítulo reivindicatorio, de manera que la reivindicación independiente incluya todas las características esenciales de la invención que se desea proteger.

Se sugiere traducir en castellano la palabra *"mesh"* que se encuentra en la reivindicación 2 y colocar el equivalente en micras o mm.

En las reivindicaciones 7 y 8, el término: *"al menos"*, es impreciso, por lo cual, no permite distinguir la invención del estado de la técnica. Se sugiere sustituirlo por términos precisos o rangos concretos.

En la reivindicación 1 se menciona (coque y asfalteno), (H₂SO₄, HNO₃, H₃PO₄) y (peróxido, KMnO₄, ozono, oxígeno), y no es claro si todos deben estar en la mezcla, o si es una selección de los mismos. Se sugiere mejorar la redacción de la reivindicación.

Las unidades de medida *"horas"*, *"rpm"* y *"miliBar"* mencionadas en las reivindicaciones 3, 4, 5, 8 y 10 no corresponden a las establecidas por el Sistema Internacional de Unidades, por lo tanto, se solicita hacer las conversiones respectivas.

Tal y como se encuentra redactada las etapas e) y f) en la reivindicación independiente 1, mencionan lo mismo, se sugiere dar claridad.

La expresión: *"como"*, en la reivindicación 3 precediendo una característica no es limitativa, porque hace opcional la característica y no limita el alcance de la reivindicación. Se sugiere incluir las características opcionales o preferentes en una reivindicación dependiente.

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

3.2. Descripción

Revisado el capítulo descriptivo de la solicitud, este no divulga la invención de manera suficientemente clara y completa, para que una persona capacitada en la materia pueda ejecutarla, incumpliendo de esta forma lo establecido en el artículo 28 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina.

Traducir en castellano la palabra *"mesh"* que se encuentra en la página 13, y colocar el equivalente en micras o mm.

Las unidades de medida *"horas"*, *"rpm"* y *"miliBar"* mencionadas en las páginas 13, 14, 16, 17 y 18 no corresponden a las establecidas por el Sistema Internacional de Unidades, por lo tanto, se solicita hacer las conversiones respectivas.

Oficio N° 10826 de 29 de junio de 2023

Ref. Expediente N° NC2020/0012385

Se debe tener en cuenta que, de acuerdo con el artículo 34 de la citada Decisión, dicha modificación no podrá ampliar la divulgación inicial; por lo que, en caso de agregar nuevos elementos en la solicitud, la descripción modificada no será aceptada.

4. Determinación del Estado de la Técnica

La fecha para determinar el estado de la técnica es el día de 01 de octubre de 2020 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	WO2014140399	“Method for producing pregraphitic material oxide, graphene oxide or graphene from pregraphitic materials and products produced by said method”	19 de septiembre de 2014

D1¹ divulga un método para producir un producto seleccionado del grupo que consiste en óxido de material pregrafítico, óxido de grafeno y grafeno, caracterizado porque comprende transformar al menos un material pregrafítico en el producto sin tratamiento de grafitización. Preferentemente, el material pregrafítico es coque (comercial o preparado a partir de breas, no sólo de petróleo sino también de carbón o sintéticas) (Resumen).

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.

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 1 (NC2020/0012385 del 01 de octubre de 2020) refiere a: *“Un método para la obtención de óxidos de precursores de carbono derivados de la industria del petróleo y gas, caracterizado porque comprende las siguiente 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 método para la obtención de óxidos de precursores de carbono derivados de la industria del petróleo y gas, caracterizado porque comprende las siguientes etapas:	Método de obtención de grafeno que comprende (Reiv. 1. 6 y 8)
a. Pretratamiento físico de los precursores de carbono (coque y asfalteno).	Previamente al tratamiento del material pregrafítico (es coque) se muele o tamiza hasta un tamaño de al menos 100 micrómetros, preferentemente entre 70-100 micrómetros. (Reiv. 2, 6, 8 y 9)

¹https://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/originalDocument?CC=WO&NR=2014140399A1&KC=A1&FT=D&ND=3&date=20140918&DB=&locale=en_EP

Oficio N° 10826 de 29 de junio de 2023

Ref. Expediente N° NC2020/0012385

b. Dispersión de precursores de carbono en medio con agua desionizada y con diferentes tipos de ácidos inorgánicos (H2SO4, HNO3, H3PO4)	Se realiza mediante tratamiento químico de los materiales pregrafíticos utilizando como reactivos nitrato de sodio, permanganato de potasio, ácido sulfúrico, peróxido de hidrógeno, agua destilada y agua desionizada. (Reiv. 13)
c. Oxidación con agentes oxidantes inorgánicos (peróxido, KMnO4, ozono, oxígeno).	Separación y/o purificación del sólido óxido obtenido por oxidación de los materiales pregrafíticos en b) (Reiv. 8) El paso b) se realiza mediante tratamiento químico de los materiales pregrafíticos utilizando como reactivos (...), permanganato de potasio, (...), peróxido de hidrógeno (...) (Reiv. 13).
d. Separación de las fracciones sólidas y líquidas conteniendo los óxidos de precursores de carbono.	d) se realiza mediante la separación de las láminas de óxido de grafeno. (Reiv. 17)
e. Obtención de los productos oxidados de la fracción sólida del proceso de separación sólido/líquido.	Obtención de óxido de grafeno a partir del óxido sólido obtenido en c) (Reiv. 8)
f. Obtención de los productos oxidados de la fracción sólida del proceso de separación sólido/líquido	Obtención de grafeno a partir del óxido de grafeno en d) (Reiv. 8)

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

Adicionalmente, D1 menciona que el método comprende las etapas: a) molienda o tamizado del material pregrafítico a un tamaño inferior a 100 micrómetros micrómetros, preferentemente entre 70-100 micrómetros micrómetros (Reiv. 8).

La reivindicación dependiente 2 tampoco cumple con el requisito de novedad.

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 dependiente 3 (NC2020/0012385 del 01 de octubre de 2020) refiere a: “El método de la descrito en la reivindicación 1, de la etapa b, caracterizado”. 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 método para la obtención de óxidos de precursores de carbono derivados de la industria del petróleo y gas, caracterizado porque comprende las siguientes etapas:	Método de obtención de grafeno que comprende (Reiv. 1. 6 y 8)
<u>Reivindicación 1</u>	Previamente al tratamiento del material pregrafítico (es coque) se muele o tamiza hasta un tamaño de al menos 100 micrómetros, preferentemente entre 70-100 micrómetros. (Reiv. 2, 6, 8 y 9)
a. Pretratamiento físico de los precursores de carbono (coque y asfaleno).	
b. Dispersión de precursores de carbono en medio con agua desionizada y con diferentes tipos de ácidos inorgánicos (H2SO4, HNO3, H3PO4)	Se realiza mediante tratamiento químico de los materiales pregrafíticos utilizando como reactivos nitrato de sodio, permanganato de potasio, ácido sulfúrico, peróxido de hidrógeno, agua destilada y agua desionizada. (Reiv. 13)



Oficio N° 10826 de 29 de junio de 2023

Ref. Expediente N° NC2020/0012385

c. Oxidación	Separación y/o purificación del sólido óxido obtenido por oxidación de los materiales pregrafíticos en b) (Reiv. 8)
con agentes oxidantes inorgánicos (peróxido, KMnO ₄ , ozono, oxígeno).	El paso b) se realiza mediante tratamiento químico de los materiales pregrafíticos utilizando como reactivos (...), permanganato de potasio, (...), peróxido de hidrógeno (...) (Reiv. 13).
d. Separación de las fracciones sólidas y líquidas conteniendo los óxidos de precursores de carbono.	d) se realiza mediante la separación de las láminas de óxido de grafeno. (Reiv. 17)
e. Obtención de los productos oxidados de la fracción sólida del proceso de separación sólido/líquido.	Obtención de óxido de grafeno a partir del óxido sólido obtenido en c) (Reiv. 8)
f. Obtención de los productos oxidados de la fracción sólida del proceso de separación sólido/líquido	Obtención de grafeno a partir del óxido de grafeno en d) (Reiv. 8)
<u>Reivindicación 3</u>	
En la etapa b, caracterizado porque éstos se dispersan en medio acuoso (agua desionizada)	Dispersan en medio acuoso agua desionizada
Y	y
con ácidos inorgánicos como ácido fórmico (95% v/v), ácido nítrico (68 %p/v), ácido sulfúrico (98% v/v) o fosfórico (85% p/v),	con ácidos inorgánicos como ácido sulfúrico (20% v/v) (Reiv. 14)
	--- (no se menciona la proporción)
en relaciones másicas de precursor de carbono a ácido en rango 3-1,	se realiza mediante tratamiento químico de los materiales pregrafíticos con relaciones entre los pesos del material pregrafítico/nitrato sódico/permanganato potásico de entre 1/1/7 y 1/1/3 (Reiv. 14).
	--- (No se menciona el rango 3-1)
bajo agitación ultrasónica a diferentes tiempos en un rango 0.5-3h,	bajo agitación ultrasónica a diferentes tiempos en un rango en 60 minutos (Reiv. 19, Pág. 10 líneas 3 a 8 y Pág. 15 líneas 7 y 8).
utilizando un baño ultrasónico (400 W de salida, 20 kHz)	---
y	y
en un rango de temperatura entre 4 - 37 °C.	En un rango de temperatura ambiente (Pág. 15, líneas 7 y 8).

D1 es considerado como el estado de la técnica más cercano a la invención definida en la reivindicación 3, ya que divulga un método para producir un producto seleccionado del grupo que consiste en óxido de material pregrafítico, óxido de grafeno y grafeno, caracterizado porque comprende transformar al menos un material pregrafítico en el producto sin tratamiento de grafitización. Preferentemente, el material pregrafítico es coque (comercial o preparado a partir de breas, no sólo de petróleo sino también de carbón o sintéticas) (Resumen).

La diferencia entre la invención definida entre la reivindicación 3 y el método divulgado en D1 consiste en que la etapa b los ácidos orgánicos se emplean en proporciones de

Oficio N° 10826 de 29 de junio de 2023

Ref. Expediente N° NC2020/0012385

ácido fórmico (95% v/v), ácido nítrico (68 %p/v), ácido sulfúrico (98% v/v) o fosfórico (85% p/v), en que la elación másica de precursor de carbono a ácido está en el rango 3-1, y en la utilización de un baño ultrasónico (400 W de salida, 20 kHz).

No se evidencia un efecto asociado en incluir en la etapa b) que los ácidos orgánicos se encuentren en dichas proporciones, que la relación másica de precursor de carbono a ácido está en rango 3-1, y en la utilización un baño ultrasónico (400 W de salida, 20 kHz).

Por lo tanto, el problema técnico objetivo que pretende resolver esta invención se puede formular así: ¿Cómo modificar el método conocido en D1 para proporcionar otro método, alternativo?

Si bien el D1, no menciona específicamente en la etapa b las concentraciones del ácido, la relación másica de precursor de carbono a ácido y la utilizando un baño ultrasónico, D1 sí enseña que obtener grafeno mediante la transformación de un material pregrafítico que no ha sido sometido a un tratamiento de grafitización, estando basado en procesos tradicionales pero de forma más eficiente y rentablemente (Pág. 4, líneas 10 a 14), en donde, en el paso b) se transforma el material pregrafítico (coque) de a) en su óxido correspondiente se lleva a cabo mediante un tratamiento químico utilizando relaciones en peso de material pregrafítico/nitrato de sodio/permanganato de potasio de entre 1/1/7 a 1/1/3 dependiendo del material pregrafítico. Los volúmenes de reacción preferidos corresponden a 20 % en volumen para ácido sulfúrico y 80 % en volumen para peróxido de hidrógeno al 3 %, expresándose los porcentajes en volumen con respecto al volumen total de reacción, o también 20 % en volumen para ácido sulfúrico y 8 % en volumen para peróxido de hidrógeno y 72% para agua destilada, expresada nuevamente con relación al volumen total de reacción, pudiendo variar estas proporciones dependiendo preferentemente de las características del material (Pág. 8, líneas 15 a 26), por lo tanto, etapa b) que implica la transformación oxidativa del material pregrafítico (coque) de la etapa a) en el óxido correspondiente se realiza mediante, tratamiento químico o reducción, intercalación, choque térmico, exfoliación y reducción térmica del óxido de coque y reducción con hidrógeno (Pág. 8, líneas 3 a 8), facilitando la separación o dispersión de los precursores del carbono (Pág. 7, líneas 21 a 31 y pág. 8, líneas 1 y 2), es así que una persona en la materia entendería que con dichos materiales y proporciones sería una selección y no habría ningún esfuerzo inventivo.

En consecuencia, la persona normalmente versada en la materia estaría motivada a incluir en la etapa b que los ácidos orgánicos se emplean en proporciones de ácido fórmico (95% v/v), ácido nítrico (68 %p/v), ácido sulfúrico (98% v/v) o fosfórico (85% p/v), una relación másica de precursor de carbono a ácido en rango 3-1 y un baño ultrasónico (400 W de salida, 20 kHz) en el método de D1, para así llegar al objeto de la reivindicación 3. Por lo cual se considera obvia.

Las reivindicaciones dependientes 4 a 10 no mencionan alguna característica que, junto con las características de la reivindicación independiente, aporte nivel inventivo al método de la reivindicación 3, por lo cual se considera que carece de nivel inventivo.

6. Conclusión

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

Ítem	Documento	Reivindicaciones afectadas	Requisito que afecta
D1	WO2014140399	1 y 2	Novedad
		3 a 10	Nivel inventivo

Oficio N° 10826 de 29 de junio de 2023

Ref. Expediente N° NC2020/0012385

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° 10826 de 29 de junio de 2023

Ref. Expediente N° NC2020/0012385

INFORME DE BÚSQUEDA
EXAMEN DE PATENTABILIDAD

Solicitud No.		Examen de patentabilidad							
NC2020/0012385		1°	X	2°		3°		Revoca	
Fecha de determinación estado de la técnica (DD/MM/AÑO)				Prioridad		Presentación			
01/08/2020						X			
Solicitante									
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 a 10					
Palabras clave utilizadas				Method, process, produce*, oxide, carbon precursor*, oil, gas, graphene oxide, asphaltenes, coke, purification, dispersion, separation, deionized water, inorganic acids, oxidation, mesh, screening, particles, formic acid, sulfuric acid, ultrasonic stirring, oxidizing agent, temperature, speed, teflon, nylon, membranes, filtration, centrifugation, organic solvents, ethanol, acetone isopropanol.					
Clasificaciones utilizadas para la búsqueda				CIP: C10G 3/00, C10G 17/00, C10C 1/00, C10C 1/04, C08L 95/00, C01B 31/02, C01B 31/04, C01D 5/00, C07C 205/06, C07C 211/00, C07C 309/30, C01B 17/62, B82B 1/00, C09K 11/65, C09K 19/00, B82Y 30/00					
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⁾		
SIPI	NC2019/00130	18/09/2019	-	-			A		
STN	WO2014140399	18/09/2014	1 y 2 3 y 10	Todo el documento			X Y		
	US7811444	12/10/2010	-	-			A		
	WO2016023041	11/02/2016	-	-			A		
	WO2016118214	28/07/2016	-	-			A		
Patbase	WO18044429	08/03/2018	-	-			A		
Orbit	US4432890	21/08/1984	-	-			A		
	CN106582515	26/04/2017	-	-			A		
	US3642657	15/05/1972	-	-			A		
Epoquenet	CN105514425	20/04/2016	-	-			A		
	CN109499497	22/03/2019	-	-			A		
	CN105931860	07/06/2016	-	-			A		
	CN106732740	31/05/2017	-	-			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.									



Oficio N° 10826 de 29 de junio de 2023

Ref. Expediente N° NC2020/0012385

(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: (13/06/2023)	