

# SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL MINISTÉRIO DA ECONOMIA INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

## **RELATÓRIO DE EXAME TÉCNICO**

N.° do Pedido: PI1106615-6 N.° de Depósito PCT:--

**Data de Depósito:** 14/10/2011

Prioridade Unionista: -

**Depositante:** Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG (BRMG)

Inventor: Norberto Mario Rodriguez, Dorila Piló-Veloso, Eloísa de Oliveira

Simões Saliba

Título: "Lignina enriquecida, processo de obtenção e uso"

### **PARECER**

Em resposta ao parecer técnico de 12/03/2021, notificado pela publicação na RPI n° 2620 de 23/03/2021, a requerente apresentou na petição 870210053266, de 14/06/2021, um novo quadro reivindicatório (05 reivindicações), além de argumentações relativas a patenteabilidade do pedido em exame.

Quadro 1 – Páginas do pedido examinadas				
Elemento	Páginas	n.º da Petição	Data	
Relatório Descritivo	1 a 16	014110002985	14/10/2011	
Quadro Reivindicatório	1 a 2	870210053266	14/06/2021	
Desenhos	1	014110002985	14/10/2011	
Resumo	1	014110002985	14/10/2011	

Quadro 2 – Considerações referentes aos Artigos 10, 18, 22 e 32 da Lei n.º 9.279 de 14 de maio de 1996 – LPI		
Artigos da LPI	Sim	Não
A matéria enquadra-se no art. 10 da LPI (não se considera invenção)		x
A matéria enquadra-se no art. 18 da LPI (não é patenteável)		x
O pedido apresenta Unidade de Invenção (art. 22 da LPI)	X	
O pedido está de acordo com disposto no art. 32 da LPI	X	

### Comentários/Justificativas--

Quadro 3 – Considerações referentes aos Artigos 24 e 25 da LPI		
Artigos da LPI	Sim	Não
O relatório descritivo está de acordo com disposto no art. 24 da LPI	x	
O quadro reivindicatório está de acordo com disposto no art. 25 da LPI		x

#### Comentários/Justificativas

O quadro reivindicatório não é claro e preciso de acordo com o seguinte:

a reivindicação 1 refere-se a "Processo de purificação de lignina de Eucalyptus caracterizado por compreender os seguintes passos: a. Triturar os resíduos de Eucalyptus, transformando-os em partículas de tamanhos variados; b. Submeter o material triturado obtido na etapa "a" a uma extração com solventes de polaridades crescentes, selecionados do grupo compreendendo, hexano, cloreto de metileno, acetona e água, puros ou em mistura; c. Secar a torta obtida após o processo de extração realizado na etapa "b"; d. Lavar o pó obtido na etapa "c" com acetona; e. Realizar nova extração, com solventes de polaridades crescentes, selecionados do grupo compreendendo, hexano, cloreto de metileno, acetona e água, puros ou em mistura para retirada de carboidratos restantes e grupamentos fenólicos livres, do material obtido em "d"; f. Colocar a torta resultante da etapa "e': em reator, aquecido a uma temperatura na faixa de 150 a 170°C e pressão na faixa de 3 a 4 bars por tempo na faixa de 60 a 90 min; g. Decantar o material obtido em "f e descartar o excesso de líquido; h. Secar em estufa o material obtido em "g"; i. Analisar o material obtido em "h" por espectrometria no infravermelho". Entretanto, não está claro como a etapa f (colocar a torta em reator aquecido a uma temperatura na faixa de 150 a 170°C e pressão na faixa de 3 a 4 bars por tempo na faixa de 60 a 90 min) atua para a purificação da lignina, visto que, tais condições degradam a mesma.

Quadro 4 – Documentos citados no parecer			
Código	Documento	Data de publicação	
D4	BR0304736	17/05/05	
D7	Química Nova, 16(5) (1993).	1993	
D8	Ciência Rural, Santa Maria, v. 31, n.5, p. 917-928.	2001	
D9	Rev Col Cienc Pec 2007; 20:4, 518-525.	2007	

Quadro 5 – Análise dos Requisitos de Patenteabilidade (Arts. 8.º, 11, 13 e 15 da LPI				
Requisito de Patenteabilidade	Cumprimento	Reivindicações		
Aplicação Industrial	Sim	1 a 5		
	Não	-		
Novidade	Sim	1 a 5		
	Não	-		
Atividade Inventiva	Sim	-		
	Não	1 a 5		

#### Comentários/Justificativas

De acordo com a requerente:

- "D1-D8 não antecipam a tecnologia em questão, nem individualmente e nem combinados, já que não fazem uso de reator para obtenção do produto enriquecido em grupamentos fenólicos. O uso do reator se justifica pelo fato do material purificado consistir em matéria orgânica, a qual sob as condições de altas temperaturas e pressão, em atmosfera de oxigênio, sofrem reações químicas que propiciam a oxidação do material. No caso do presente pedido de patente, tem-se como objetivo a obtenção de uma lignina enriquecida com grupamentos fenólicos, assim, a etapa em reator é para este fim..." a técnica empregada causa alterações de natureza química, ocasionando mudanças estruturais na lignina resultante, a qual se difere da original presente no vegetal, chamada protolignina"..."nesse estudo a lignina foi enriquecida com grupamentos fenólicos, que a tornaram mais sensível para detecção nas fezes, permitindo também o seu uso no estudo de digestibilidade de animais de pequeno porte, como peixes".
- "...a técnica de extração do pedido de patente em análise consiste em um método de separação por meio da utilização de solventes orgânicos de baixa polaridade como hexano e cloreto de metileno, que não apresentam compatibilidade com a lignina, já que a lignina apresenta baixa solubilidade em solventes orgânicos (Química Nova, 16(5), 1993). Enquanto isso, os documentos apontados, D1 a D8, reportam métodos que utilizam de solventes orgânicos de maior polaridade, como, ácido carboxílicos, dioxano, ésteres, acetona e água, de modo que nos processos de extração realizados descritos nesses documentos, a lignina se encontra no extrato, devido à compatibilidade com os solventes utilizados. Além disso, esses documentos descrevem etapas de utilização de ácidos e bases no extrato para obtenção da lignina precipitada, processo largamente presente na literatura. Nesse sentido, nenhum dos documentos utiliza a combinação dos solventes orgânicos citados, hexano, cloreto de metileno, acetona e água, já que esses documentos têm como objetivo a obtenção da lignina no extrato, enquanto no presente pedido de patente, o objetivo da etapa de extração é a retirada de componentes indesejados, que sairão no extrato, como por exemplo, carboidratos, de forma a purificar o resíduo restante, o qual será composto majoritariamente por lignina, que será posteriormente enriquecida no tratamento em reator".
- "Quanto à lignina purificada e enriquecida descrita em D9, o documento reporta
  a utilização da mesma de forma geral, sem especificações de como a mesma é
  obtida, enquanto o pedido de patente em análise reivindica o processo de
  obtenção e a utilização da lignina purificada e enriquecida obtida pelo processo
  reivindicado".

• A requerente termina a manifestação afirmando que "espera ter mostrado, de forma satisfatória, a novidade e aatividade inventiva da tecnologia proposta".

Entretanto, não é possível concordar com a requerente de acordo com o exposto abaixo.

O presente pedido de patente de invenção refere-s a "Processo de purificação de lignina de Eucalyptus caracterizado por compreender os seguintes passos: a. Triturar os resíduos de Eucalyptus, transformando-os em partículas de tamanhos variados; b. Submeter o material triturado obtido na etapa "a" a uma extração com solventes de polaridades crescentes, selecionados do grupo compreendendo, hexano, cloreto de metileno, acetona e água, puros ou em mistura; c. Secar a torta obtida após o processo de extração realizado na etapa "b"; d. Lavar o pó obtido na etapa "c" com acetona; e. Realizar nova extração, com solventes de polaridades crescentes, selecionados do grupo compreendendo, hexano, cloreto de metileno, acetona e água, puros ou em mistura para retirada de carboidratos restantes e grupamentos fenólicos livres, do material obtido em "d"; f. Colocar a torta resultante da etapa "e': em reator, aquecido a uma temperatura na faixa de 150 a 170°C e pressão na faixa de 3 a 4 bars por tempo na faixa de 60 a 90 min; g. Decantar o material obtido em "f e descartar o excesso de líquido; h. Secar em estufa o material obtido em "g"; i. Analisar o material obtido em "h" por espectrometria no infravermelho e ao " Uso da lignina enriquecida com grupamentos fenólicos obtida pelo processo reivindicado, para produzir cápsulas, soluções ou pó para análise de digestibilidade animal. No entanto, observa-se o seguinte em relação a determinadas anterioridades:

D4 refere-se a processo de purificação da lignina do Eucalyptus grandis que consiste na extração com solventes orgânicos da madeira, tais como hexano, clorofórmio e acetona:água. O material obtido desta forma pode ser utilizado em experimentos de digestibilidade com animais herbívoros ruminantes e não ruminantes, e animais não herbívoros; na estimativa de consumo e digestibilidade dos animais a pasto ou confinados. A técnica de análise da digesta é a espectroscopia no infravermelho, que é uma técnica rápida, não destrutível e sensível.

Fluxograma 1: **EUCALIPTUS** Extração com hexano Resíduo seco Extração com clorofórmio Resíduo seco Extração com acetona:água 9:1 Resíduo Extrato seco Secagem Extrato seco 1. solubilização com NaOH 2. Precipitação com HCL LMM do EUCALIPTUS

Assim, observa-se no fluxograma que o "Resíduo seco" é a "torta" a ser colocada em reator. Cabe ressaltar aqui a seguinte contradição (visto que o quadro reivindicatório em D4 e no pedido em exame não faz distinção entre lignina não core e lignina core): Neste documento D4 a extração com solventes orgânicos hexano, clorofórmio e acetona:água, fornece um extrato que contem a lignina, enquanto o pedido em exame, partindo da mesma madeira (Eucalyptus grandis) em partículas de tamanho variado e submetida basicamente ao mesmo processo de extração (hexano, cloreto de metileno e acetona:água) fornece um extrato que

contém "componentes indesejados, que sairão no extrato, como por exemplo, carboidratos e grupamentos fenólicos livres" enquanto o resíduo seco será composto majoritariamente por lignina. A requerente afirma que "D4, apesar de apresentar a extração com solventes orgânicos, o procedimento é realizado com solventes diferentes. Em D4, são utilizados, hexano, clorofórmio e solução de água e acetona. Ainda, é utilizado HCI e NaOH, para completar o processo extrativo. D4 descreve lignina obtida de Eucalyptus grandis, mas se difere do pedido de patente em análise, no qual a lignina foi enriquecida com grupamentos fenólicos, que a tornaram mais sensível para detecção nas fezes". Entretanto, não é possível concordar com a requerente visto que: a) considerando o "Resíduo seco"/D4 e a "Torta"/pedido em exame, a extração com solventes orgânicos ocorre basicamente com os mesmos solventes; b) Não há evidências no pedido em exame que a "lignina enriquecida com grupamentos fenólicos" é mais sensível para detecção nas fezes do que a lignina (LIPE) obtida em D4 (considerando os exemplos comparativos apresentados: óxido crômico e padrão de coleta total). Cabe ressaltar ainda que seria óbvio a um técnico no assunto, considerando que lignina enriquecida com grupamento fenólico ser mais sensível para análise de digestibilidade animal e que a mesma pode ser obtida a partir da degradação da lignina (hidrólise, oxidação e etanólise/(Química Nova, 16(5), 1993)/D7), utilizar um método em que a matéria orgânica sob as condições de altas temperaturas e pressão (reator), em atmosfera de oxigênio, sofram reações químicas que propiciam a oxidação do material.

D7 e D8 segundo a requerente, em geral "reúne métodos já amplamente reportados na literatura para obtenção de ligninas purificadas, porém, em nenhum deles é reportado um processo para enriquecimento da lignina com grupamentos fenólicos". Entretanto, D7 revela que "O estudo químico de ligninas evoluiu a partir da análise dos produtos de suas reações de hidrólise, oxidação e etanólise, que permitiram identificar substâncias do tipo arilpropanóides (grupamentos fenólicos) como suas unidades estruturais básicas...Essa questão envolveu uma série de estudos de reações de degradação oxidativa e de diferentes tipos de hidrólise de ligninas, assim como de substâncias-modelo", "Existem diferentes tipos de preparação de ligninas...Um bom método de isolamento deve eliminar os extrativos presentes na madeira...Há três procedimentos básicos para preparação de ligninas: por extração, isolamento como resíduo e como derivados...As ligninas podem ser obtidas como resíduo a partir da madeira livre de extrativos...extração exaustiva com clorofórmio reduz ao máximo possível a presença de contaminantes (ex. polifenóis e carboidratos)..."As razões molares entre os três constituintes básicos das ligninas (guaiacil-, siringil- e 4-hidroxifenilpropanóides) ...como pode ser verificado na Figura 2, há uma variação no número de grupos metoxílicos presentes nesses constituintes. Sendo assim, desenvolveu-se a metodologia de tomar o conteúdo desses grupos como um parâmetro de referência na caracterização de uma lignina... Métodos físicos de análise são também empregados para análise de metoxilas, utilizando-se rotineiramente a espectroscopia no infravermelho (IV)" e D8 revela que "A lignina deve ser definida claramente...devido à grande diversidade de maneiras de tratamento isolamento...classificou a lignina em core e não core, com base em sua susceptibilidade relativa à hidrólise...Lignina não core...Lignina core: consiste de polímeros fenilpropanóides da parede celular, altamente condensados e muito resistentes à degradação. Eles são compostos de unidades p-hidroxifenila (H), guaiacila (G) e siringila (S), em proporções diferentes, de acordo com sua origem...a quantidade relativa da fração molar de aldeídos produzidos pela reação de oxidação com nitrobenzeno é um indicador da abundância relativa das unidades C9 (H. G e S)...Observa-se nos métodos de obtenção que...A avaliação da lignina core in situ é normalmente feita através do extrato livre de parede celular, o qual pode ser obtido após extração prévia com solventes orgânicos para eliminar os componentes solúveis. Isto é importante para minimizar os problemas de interferência entre a lignina core e outros fenólicos solúveis...A preparação da lignina livre de contaminantes pode ser obtida por vigoroso tratamento...Hidrólise...restando um produto insolúvel (rendimento de 25 -40%) denominado lignina técnica bruta (LTB)...Isolamento...O isolamento de lignina envolve o preparo de amostras livres de extrativos...São três os processos básicos de isolamento: - como resíduo; como derivado: - como extrativo...A estrutura das ligninas deve ser determinada a partir de uma amostra pura, ou seja. livre de carboidratos e outros extrativos. E importante também definir a escolha do procedimento de extração...A seguir, determina-se o percentual de grupos metoxílicos e outros grupos funcionais, por métodos químicos e espectroscópicos no infravermelho (IV)...Faz-se também o estudo de reações de degradação e oxidação com permanganato de potássio e nitrobenzeno, assim como de degradação por pirólise. Os produtos da degradação e oxidação são, então, analisados,,,Segundo a literatura, a oxidação de madeiras moles produz como produto principal a vanilina (4). A oxidação de madeiras duras tem como produtos a vanilina e o siringaldeído (5). No caso das gramíneas, além desses dois aldeídos, é produzido o p-hidroxibenzaldeído (6)...A análise de grupos funcionais (tais como metoxilas, hidroxilas e carbonilas e a determinação de grupos siringila, guaiacila e p-hidroxifenila, presentes na estrutura da macromolécula, são fundamentais para um conhecimento aprofundado da natureza de uma lignina. A partir desse conhecimento, pode-se interferir quimicamente, se necessário, em seus grupos funcionais, a fim de se obter derivados que possam ser utilizados em diferentes aplicações".

D9 revela que o uso de lignina purificada e enriquecida (LIPE) é um indicador externo de digestibilidade em nutrição de diversas espécies animais. Cabe ressaltar que não foi evidenciado no pedido em exame, de que maneira esta LIPE (D9) e a lignina purificada e enriquecida obtida pelo método do pedido em exame diferencia-se no uso da mesma como indicador externo de digestibilidade.

Logo, considerando a discussão acima, seria óbvio a um técnico no assunto, utilizar, a lignina livre de extrativos e submetida a condições de oxidação, como indicador de digestibilidade animal.

### Conclusão

Assim sendo, de acordo com o Art. 37, indefiro o presente pedido, uma vez que:

- não atende ao requisito de atividade inventiva (Art .8º combinado com Art. 13 da LPI).
- as reivindicações estão indefinidas e/ou não estão fundamentadas no relatório descritivo (Art. 25 da LPI).

De acordo com o Art. 212 da LPI, o depositante tem prazo de 60 (sessenta) dias, a partir da data de publicação na RPI, para interposição de recurso.

Publique-se o indeferimento (9.2).

Rio de Janeiro, 31 de agosto de 2021.

Sandra Regina Gomes Fraga Pesquisador/ Mat. N° 1375692 DIRPA / CGPAT I/DIPOL Deleg. Comp. - Port. INPI/DIRPA N° 002/11