

284
231

Señores

Superintendencia de Industria y Comercio

División de Nuevas Creaciones

E. S. D.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 04-056935- -00008-0000

Fecha: 2009-04-20 15:45:32 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALI
Act. 444 RESPUESTAREQUE Folios: 12

Ref: Expediente No. 04-056.935

**Solicitud de registro de patente de invención
denominada "DOSIFICACIÓN CONTINUA DE
INICIADORES EXTREMADAMENTE RÁPIDOS DURANTE
LAS REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN"**

Solicitante: Akzo Nobel N.V.

Yo, **Luz Helena Adarve Gómez** identificada como aparece al pie de mi firma y obrando en mi condición de apoderada de la sociedad **Akzo Nobel N.V.**, solicitante de la patente en referencia, a continuación doy respuesta al Oficio No. **0655**, mediante el cual se presenta el Concepto Técnico No. **3428**, que fue notificado por fijación en lista el 23 de Enero de 2.009.

1. En cuanto a las objeciones de Novedad

Con el fin de superar las objeciones presentadas por parte del señor Examinador respecto a la novedad de la presente invención, consignadas en el numeral 4 del citado **Oficio No. 0655**, se ha realizado un análisis más detallado de la presente solicitud, así como también de las enseñanzas del documento citado como referencias. Por lo cual, a continuación me permito exponer los hechos y argumentos que demuestran la novedad que reviste el proceso de obtención de resinas de PVC, reivindicado en la presente solicitud.

1.1. Referencia citada

De la simple lectura del concepto técnico **No. 3428**, es posible determinar que el señor Examinador insiste en citar las enseñanzas del documento **WO 00/17245 (D1)** para desvirtuar la novedad de la presente invención.

El documento **WO 00/17245 (D1)**, revela un proceso de polimerización de cloruro de vinilo usando uno o más peróxidos orgánicos que requiere

esencialmente: dosificar al menos parte del peróxido(s) a la mezclas de polimerización a la temperatura de polimerización; en donde el(los) peróxido(s) que pueden ser usados obligatoriamente deben tener una vida media a la temperatura de polimerización en el intervalo de 0.05 a 1.0 horas. (ver, página 3, línea 30 a página 4, línea 2 del documento D1).

En este punto, vale la pena llamar la atención al hecho de que si bien es cierto que el documento citado por el señor Examinador se desarrollan en el mismo campo industrial de la presente invención, como es el campo de los procesos para la fabricación de resinas de cloruro de vinilo (PVC). Sin embargo, también resulta evidente que las enseñanzas de este documento NO son suficientes para desvirtuar la novedad del proceso objeto de la presente invención, toda vez que el proceso revelado en D1, presenta características técnicas diferentes a las del proceso ahora reivindicado, que no se hubieran podido derivar de las enseñanzas del documento D1, como se muestra en los comentarios expuestos en las páginas 1 y 2 de la descripción de la presente solicitud y como me permito exponerlo a continuación a partir de las mismas enseñanzas de D1.

1.2. Argumentos que realzan la Novedad de la presente solicitud

De la lectura del concepto técnico es claro que el señor Examinador intenta desvirtuar la novedad del proceso de la presente invención citando las enseñanzas del documento **D1**, para lo cual afirma: *"El proceso revelado en D1 utiliza iniciadores orgánicos, tal como el 2,2-bis(2,2-dimetilpropanoilperoxi)-4-metil pentano a una temperatura de polimerización mayor de 61°C (62 °C a 65 °C) y el 2-(2,2-dimetilpropanoilperoxi)-2-(2-etilhexanoilperoxi)-4-metil pentano a una temperatura mayor de 69°C (69 °C a 75 °C) (folio 226, líneas 12-24). A dichas temperaturas, los iniciadores anteriormente citados tienen vidas medias menores de 0.050 horas y por consiguiente están comprendidas en el rango establecido por la solicitud en estudio.*

De acuerdo con lo anteriormente expuesto, el proceso de polimerización, ya era conocido en D1, por lo tanto no puede considerarse nuevo. [...]"

Sobre este particular, respetuosamente me permito manifestar a ese Despacho que si bien es cierto que los iniciadores citados por el señor Examinador se mencionan dentro del documentos D1, dicho documento no resulta relevante para desvirtuar la novedad de la presente solicitud, toda vez que el proceso revelado en el documento **D1**, claramente exige que se cumplan ciertas condiciones específicas completamente diferentes a las del proceso que es objeto de la invención en cuestión.

En efecto, lo revelado en D1, exige como **condición fundamental** para llevar a cabo el proceso propuesto, el empleo de iniciadores que cumplan a cabalidad con el requisito de tener una **vida media a la temperatura de polimerización en el intervalo comprendido entre 0.050 horas (el valor mínimo) y 1.0 horas** (ver resumen y descripción completa del documento D1), mientras que por el contrario, el proceso ahora reclamado por el solicitante requiere como iniciadores peróxidos con tiempos de **vida media inferiores a 0.050 horas**, sin incluir el valor de 0.050 (ver descripción de la presente solicitud); **más específicamente desde 0.050 hasta 0.0001 horas, a la temperatura de polimerización, lo cual no se enseña en ninguno de los apartes del documento citado D1.**

En vista de lo anterior, es claro que las consideraciones hechas por parte del señor Examinador en el concepto técnico citado, para objetar la novedad del proceso reclamado son equivocadas, toda vez que como fácilmente se puede notar de una simple lectura de la descripción y las reivindicaciones del documento D1, especialmente, de las enseñanzas contenidas en las **páginas 3 y 4 de dicho documento**, es evidente que en el proceso de polimerización revelado en **D1 es esencial que todos y cada uno de los peróxidos que puedan ser empleados cumplan con el requisito de tener una vida media en el intervalo específico de 0.05 a 1.0 hora.** Esta es una evidencia patente de las diferencias técnicas entre dichos procesos, toda vez que estas diferencias se confirman, por ejemplo, en la página 3, línea 30 a página 4, línea 2 del documento D1, en donde se enseña lo siguiente: *"el proceso de acuerdo a la invención requiere que esencialmente todos los peróxidos sean usados a una temperatura de polimerización a la cual la vida media del peróxido es desde 0.05 horas a 1.0 horas"*.

Por lo tanto, incluso si los peróxidos mencionados por el señor Examinador pudieran ser utilizados en las temperaturas indicadas, **la persona medianamente versada en la materia nunca leería esto en la información revelada en el documento D1, toda vez que el documento D1 establece en forma completamente explícita, directa y sin ambigüedades que se requieren peróxidos que presenten como periodo de vida media más bajo posible 0.05 horas.**

Ahora bien, en cuanto a la argumentación presentada por ese Despacho, con respecto al hecho de que en el documento citado se mencionen dos peróxidos que se encuentran dentro de los posibles peróxidos que se emplean en la presente invención, respetuosamente me permito dirigir la atención de ese Despacho al hecho de que el 2-(2,2-dimetilpropanoilperoxi)-2-(2-etilhexanoilperoxi)-4-metil pentano tiene una vida media de mas de 0.05 horas incluso a una temperatura de 65°C. Además, de que un producto como el alfa-cumil peroxineodecanoato (mencionado en la página 3, línea 19 de D1) tiene una vida media de más de 0.05 horas a una temperatura de 79°C; lo cual demuestra que dichos productos cumplen con las condiciones exigidas por D1, de tener una vida media de entre 0.05 a 1.0 horas.

Esto demuestra que incluso, para algunos productos (peróxidos) indicados no es posible llegar a obtener una vida media más corta de 0.05 horas a la máxima temperatura del rango dado para los productos. La única forma de que una persona medianamente versada en la materia técnica correspondiente pudiera encontrar a partir de la información contenida en D1, las mismas condiciones específicas del proceso ahora reivindicado, sería haciendo interpretaciones diferentes de lo revelado en D1, de tal suerte que mediante una experimentación modificando las condiciones del proceso de D1 llegara a desarrollar la información necesaria para llegar a las condiciones específicas del proceso reclamado. Es decir, que dicha persona hiciera las modificaciones necesarias al proceso de D1 para obtener el de la presente invención, lo cual a toda luces hace que lo revelado en D1, no sea ni idéntico ni derivado en forma obvia de lo revelado en la presente solicitud, comprobando el estado del arte con el proceso ahora reclamado.

En este punto, respetuosamente se llama la atención de ese Despacho al hecho de que no es ni habitual, ni mucho menos aceptado en la práctica de patentes desvirtuar la novedad de una solicitud, a partir de la interpretación de una información técnica, lo cual requeriría de armar a pedazos la invención, como más adelante se discutirá. Lo realmente aceptado es que se objete la novedad cuando en un mismo documento del estado del arte, se revelen **todas y cada una de las características y condiciones específicas de la invención en cuestión**, lo cual no ocurre en el presente caso.

Además, de lo que se establece en forma específica en D1, también se puede notar que en todos los ejemplos presentados en el documento D1, es usado un iniciador con un tiempo de vida media a la temperatura de polimerización en el rango de 0.05 horas a 1.0 horas, y específicamente, en ninguno de dichos ejemplos es usado un iniciador que tenga una vida media menor de 0.05 horas a la temperatura de polimerización.

En vista de lo anterior, es completamente claro que el proceso de D1, **SI** presenta diferencias técnicas relevantes, con respecto al proceso de la presente invención, toda vez, que de acuerdo al alcance dado por la reivindicación 1, el proceso ahora reclamado incluye *"al menos un iniciador orgánico con una vida media de desde 0.0001 horas a 0.050 horas a la temperatura de polimerización [...] en donde dicha temperatura de polimerización esta por encima de la temperatura a la cual la vida media del al menos un iniciador orgánico es 0.050 horas"*.

Así las cosas, al llevar a cabo una revisión detenida de lo revelado tanto en el documento D1, como en la presente invención, se encuentra que **NO hay apartes en D1 que enseñen o al menos lleguen a sugerir o anticipar en forma específica un proceso de polimerización en el cual se emplee un iniciador con una vida media menor a 0.050 horas, y mucho menos de una vida media tan extremadamente rápida como de 0.0001 horas a la temperatura de polimerización.**

En efecto, para una persona versada en la síntesis de polímeros, especialmente, en la obtención de resinas de PVC de diferentes pesos moleculares (valores K), es claro que el empleo de peróxidos con vida

media de entre 0.0001 y 0.050 horas, como agentes iniciadores, además, de que implica mecanismos de reacción completamente diferentes a los que se podrían llegar a presentar si se decidiera recurrir o implementar un proceso con iniciadores con vidas medias de entre 0.050 y 1.0 horas (como los revelados en D1), no solo resultaría novedoso sino que además sería completamente inventivo pues la regla técnica conocida establece como límite inferior de vida media para los iniciadores 0.05 horas, mientras que la presente invención va más allá y emplea iniciadores mucho mas rápidos que los revelado en el estado del arte (D1). Por lo tanto, para una persona versada en la materia resultarían claras las diferencias técnicas entre las enseñanzas del documento citado D1, y el proceso de la presente invención.

En conexión con la anterior argumentación presentada, atentamente me permito dirigir la atención de ese Despacho a lo que se establece con respecto a la evaluación de la novedad de una invención, en dos apartes del *"Manual para el Examen de Solicitudes de Patentes de Invención en las Oficinas de Propiedad Industrial de los Países de la Comunidad Andina"* (en adelante Manual de Patentes), el cual resulta útil para demostrar en forma contundente que la presente invención, se ajusta cabalmente a la Normativa Andina en lo referente al requisito de novedad que deben cumplir todas y cada una de las invenciones para poder gozar del privilegio de patente solicitado. En el acápite 9.4, del citado Manual de Patentes, se establece:

*"Para determinar la novedad de la invención, se debe comprobar si existen anticipaciones del estado de la técnica que contengan explícitamente todas las características técnicas esenciales de la invención. El examen de novedad se efectúa comparando elemento por elemento de la invención tal como está definido por las reivindicaciones con los del estado de la técnica"*¹ (Resaltado fuera de texto).

Y en otro acápite del mismo Manual de Patentes, se afirma lo siguiente: *"Si todas las características técnicas de la reivindicación independiente se*

¹ COMUNIDAD ANDINA, Secretaría General, "Manual para el Examen de Solicitudes de Patentes de Invención en las Oficinas de Propiedad Industrial de los Países de la Comunidad Andina", 2ª Edición, Quito, Ecuador, Junio de 2004, página 65.

*encuentran descritas en un mismo antecedente y además se encuentran íntimamente relacionadas, el objeto de dicha reivindicación carece de novedad. Si una característica, aunque sea banal, no se encuentra contenida en el antecedente, la reivindicación es nueva.*² (resaltado fuera de texto).

De acuerdo con las diferencias técnicas mencionadas anteriormente y teniendo en cuenta las enseñanzas del los apartes citados del Manual de Patentes, es claro que en el análisis de novedad realizado en el presente caso, se cita un documento (D1) en cuyo contenido NO se enseñan en forma explícita (en forma directa y sin interpretaciones de ningún tipo) todas y cada una de las características técnicas esenciales del proceso de polimerización ahora reclamado; en particular, ningún aparte del texto que describe el proceso del documento D1, enseña o anticipa la condición específica de que los peróxidos útiles deban presentar una vida media inferior a 0.05 horas, y mucho menos se enseña un intervalo tan específico como el ahora reclamado, que incluye peróxidos con vida media de 0.0001 a 0.05 horas.

En consecuencia, al llevar a cabo el examen de novedad frente a las enseñanzas del documento D1, teniendo en cuenta las recomendaciones hechas por parte de las oficinas de patentes de los países miembros de la CAN, se encuentra que a pesar de que el documento citado se desarrolla en el mismo campo tecnológico de la presente invención, no constituye una anticipación relevante de la materia reivindicada, toda vez, que en ninguno de sus apartes enseña exactamente el intervalo de vida media de 0.0001 a 0.05 horas ahora reivindicado, que en la presente invención es completamente fundamental para poder llevar a cabo el proceso de polimerización propuesto. Por lo tanto, es evidente que las enseñanzas del documento citado, **NO resultan lo suficientemente relevantes como para desvirtuar la NOVEDAD de la presente invención.**

Adicionalmente, es completamente claro y evidente que la materia revelada en D1, presenta diferencias técnicas suficientemente relevantes para que no pueda ser considerada como un antecedente que afecte la novedad de

² Op. Cit. Página 66.

la presente invención, toda vez que como es del conocimiento de una persona medianamente versada en la materia, incluso pequeñas variaciones en las condiciones de un proceso de polimerización como el reclamado, afectan de forma sustancial la velocidad de la reacción, modificando su termodinámica, ocasionando que el producto obtenido por medio de cada uno de los procesos evaluados presente diferentes características finales, por lo cual también resultan diferentes los procesos mencionados, resaltando de esta manera las características NOVEDOSAS de la materia objeto de la presente solicitud Colombiana que se encuentra bajo estudio.

En vista de las diferencias técnicas mencionadas anteriormente, es claro que una persona medianamente versada en la materia no encontraría ninguna indicación dentro de las enseñanzas del documento D1 que le permitiera anticipar las características técnicas del proceso reclamado, específicamente, el hecho de que este proceso pueda ser realizado empleando un peróxido extremadamente rápido con una vida media de 0.0001 a 0.050 horas a la temperatura de polimerización, toda vez que es bien conocido en el estado del arte que cuando dichos iniciadores son empleados en procesos de polimerización, hay que tener mucho cuidado con su manejo y transporte; y adicionalmente, debido a su naturaleza un poco inestable, se podría esperar que los monómeros no polimericen en forma eficiente debido a su gran tendencia a generar reacciones colaterales que disminuyen la efectividad y el rendimiento de las polimerizaciones (ver página 1, líneas 19-23 de la descripción).

Dichos inconvenientes, por el empleo de los iniciadores extremadamente rápidos, se supera mediante la implementación del novedoso proceso enseñado en la presente invención, el cual a pesar de hacer uso de iniciadores extremadamente rápidos que no son comunes en la industria, permite obtener mejores rendimientos que con los procesos convencionales que no usan estos iniciadores.

En consecuencia, resulta evidente que a partir de las diferencias técnicas existentes entre el proceso reclamado y lo conocido en el estado del arte, el proceso de la presente solicitud cumple con los requisitos de

patentabilidad exigidos sobre las enseñanzas del documento citado por el señor Examinador, por lo que la materia objeto de las nuevas reivindicaciones 1 a 6, de la presente invención resulta completamente NOVEDOSA e INVENTIVA sobre las enseñanzas de D1

1.3. Argumentos adicionales que demuestran la patentabilidad de la presente solicitud.

Ahora bien, con respecto a la evaluación de la novedad de la solicitud, atentamente me permito llamar la atención del señor Examinador a lo expresado por el Tribunal Andino en la interpretación prejudicial 21-IP-2000, en donde este alto tribunal establece lo siguiente: ***"la novedad no es un requisito que deban cumplir todos y cada uno de los componentes que conforman la invención, pudiendo incluso ser conocidos individualmente la totalidad de tales elementos, si combinados entre ellos dan lugar a un objeto o a un procedimiento desconocido anteriormente. En efecto, ninguna invención aparece de la nada; por el contrario, toda innovación requiere aplicar conocimientos y objetos previamente creados o descubiertos por la humanidad, los cuales constituirán la «materia prima» para desarrollar un nuevo producto o procedimiento. En este sentido, el invento constituye una derivación del estado de la técnica, pero, para calificar su carácter de patentable, es preciso determinar si dicha derivación no resulta evidente para una persona normalmente versada en la materia técnica."*** (Subrayado fuera de texto).

De lo anterior se colige que **el concepto de novedad se basa en la ausencia de objetos o procedimientos idénticos al que se encuentra en el estado de la técnica.** De esta manera, si se afirma que un objeto o procedimiento carece de novedad, se debe demostrar con documentos del arte anterior que dicho objeto o procedimiento ha sido revelado en el estado de la técnica en **una forma explícita y sin ambigüedades.** En el presente caso, ninguna de las enseñanzas del documento WO 00/17245 (D1) citado por el señor Examinador enseña en **forma directa, explícita y sin ambigüedades** el proceso de polimerización que requiere el empleo de iniciadores orgánicos con un periodo de vida media de 0.0001 a 0.05 horas,

que es objeto de la presente invención, como para poder afirmar que existe una falta de novedad. Por el contrario, lo que si enseña en forma completamente explícita y clara el documento D1 citado, es un proceso que requiere peróxidos iniciadores con una vida media superior a 0.05 horas, específicamente entre 0.05 y 1.0 horas, lo cual evidentemente no corresponde al requisito del proceso ahora reclamado.

Lo anterior, no solo se ve soportado por las interpretaciones prejudiciales del Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina, sino que además es establecido por otras Oficinas de Patentes a nivel mundial. Así, por ejemplo, para la Oficina de Patentes Europea, la novedad de un documento es desvirtuada si el objeto o procedimiento reivindicado se encuentra establecido en una forma directa y sin ambigüedades en un documento que incluye cualesquiera características implícitas para una persona versada en la materia **expresamente en el documento**. Por lo tanto, al considerar la novedad no es correcto interpretar las enseñanzas de un documento como que abarcan equivalentes bien conocidos que no están revelados en dicho documento, toda vez que esto es materia de obviedad (Páginas 64 y 65 del Capítulo IV de la Parte C de las "GUIDELINES FOR EXAMINATION IN THE EUROPEAN PATENT OFFICE" publicadas por la Oficina Europea de Patentes, Junio de 2000). En otras palabras, si los documentos citados por el señor Examinador como arte anterior no indican o revelan **en forma idéntica** el proceso de polimerización conforme a la presente solicitud, no se puede afirmar que existe una carencia de novedad.

Así mismo, el señor Examinador no debe olvidar que una invención no deja de ser novedosa por el simple hecho de que para llegar a cumplir su objetivo utilice materias primas convencionales. Tampoco debe limitar su examen al simple hecho de que en el estado de la técnica son conocidos los iniciadores orgánicos, tal como el *2,2-bis(2,2-dimetilpropanoilperoxi)-4-metil pentano* y el *2-(2,2-dimetilpropanoilperoxi)-2-(2-etilhexanoilperoxi)-4-metil pentano* que se emplean en D1 a temperaturas en los que presentan una vida media de más de 0.05 horas; mientras que en la presente invención la forma de operar es completamente diferente al incluir iniciadores con vida media de 0.0001 a 0.05 horas, lo cual implica cambios drásticos en la cinética de la reacción, lo cual evidentemente significa

diferencias fisicoquímicas entre dichos procesos de polimerización. Por el contrario, lo novedoso e inventivo de la presente invención gira en torno al hecho de suministrar soluciones a los problemas técnicos existentes en los productos y procedimientos convencionales para realizar mejoras en ellos.

Aún más, con respecto a la novedad, igualmente dirijo la atención del señor Examinador a la lectura de algunos párrafos del libro "Tratado de Patentes de Invención", en donde se establece lo siguiente: ***"La novedad de los procedimientos, es decir, el invento, puede consistir: a) en la agregación de alguna nueva etapa; d) en tratar materiales en sí conocidos en forma también conocida en sí, pero que no había sido usada para el tratamiento de esos materiales.....En forma general, puede decirse que el nuevo procedimiento puede caracterizarse como invención: a) en la manera de operar; b) por los materiales que son operados, y c) por ambas cosas a la vez. En todos los casos – y como ocurre respecto de todas las demás invenciones – la pauta acerca de si existe o no invención nos la dará el resultado.....El procedimiento químico puede producir un nuevo resultado y ser, por consiguiente, patentable: ...(c) cuando mediante una o más reacciones practicadas en forma conocida, se tratan productos que nunca habían sido empleados para obtener el resultado perseguido."***³ (resaltado fuera de texto).

En el presente caso, el modo de operar mediante las etapas del proceso de polimerización de la presente invención, que involucran iniciadores condicionados a tener un tiempo de vida media inferior a 0.05 horas, y específicamente de 0.0001 a 0.05 horas, permiten llegar a preparar resinas de PVC con mayores rendimientos e índices de polimerización, menores tiempos de polimerización para obtener productos finales superiores a los habitualmente obtenidos a través de los procesos convencionales, esto es, **el resultado**. Por lo tanto, es evidente que el proceso de polimerización de la presente invención es NOVEDOSO, incluso frente a las enseñanzas del documento D1, toda vez que mediante el empleo de iniciadores con vida media de 0.0001 a 0.05 horas se logra mejorar en forma sorprendente el

³ Breuer, C.M. "Tratado de Patentes de Invención". Volumen I. Abeledo-Perrot Editores. Buenos Aires. Argentina. 1957. páginas 158 y 161.

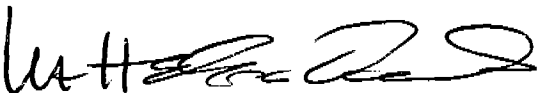
proceso de polimerización de PVC tradicional, para llegar a un resultado nuevo, esto es un proceso y una resina final con características mejoras y diferentes a las de los procesos y resinas tradicionales.

2. CONCLUSION

Los argumentos expuestos al lo largo del presente escrito, ponen de manifiesto de una manera clara y contundente, que el proceso reivindicado en la presente invención es completamente **NOVEDOSO** e **INVENTIVO** sobre las enseñanzas del documento D1, en vista de las diferencias técnicas existentes entre dichos procesos, y de que nada dentro de las enseñanzas de D1 muestra o permite anticipar la existencia de un proceso específico, en el cual por medio de la dosificación de peróxidos con tiempos de vida media inferiores a 0.050 horas, específicamente de 0.0001 horas a 0.050 horas a la temperatura de polimerización, se logra un proceso mejorado, con características técnicas diferenciables que permiten obtener mayores rendimientos con mejores condiciones de reacción frente a procesos convencionales que hacen parte del estado del arte mas cercano, como lo es el proceso de D1.

3. Por lo tanto, me permito solicitar a ese Despacho, se sirva llevar nuevamente a cabo el estudio de patentabilidad de la presente solicitud a la luz de los argumentos aquí presentados, para conceder el privilegio de patente solicitado para el proceso de polimerización de monómeros de cloruro de vinilo reivindicado, y en caso contrario que se rinda un nuevo examen de fondo esgrimiendo los argumentos del Despacho respecto de las aclaraciones aquí contenidas.

Atentamente,



Luz Helena Adarve Gómez

c.c. 41.575.435 de Bogotá

t.p. 14.884 c.s.j.

La velocidad se expresa habitualmente como el tiempo de vida media ($t_{1/2}$), donde $t_{1/2} = \ln 2/k_d = 0.693/k_d$. La constante de equilibrio (k_d) varía con la temperatura de acuerdo con la ecuación de Arrhenius :

$$k_d = A e^{-E_a/RT} \quad (9.1)$$

En la Tabla 9.2 se dan las constantes de equilibrio de varios iniciadores de uso común. A continuación se muestran las ecuaciones típicas de disociación del 2,2'-azo-bis-isobutironitrilo (AIBN) y del peróxido de benzoilo (BPO). Debe notarse que debido a la recombinación, la cual depende del disolvente, y otras reacciones secundarias de los radicales libres ($R^\bullet$), la eficiencia del iniciador raramente alcanza el 100%. Por tanto, se emplea el factor de rendimiento (f) para mostrar el porcentaje de radicales libres efectivos producidos.

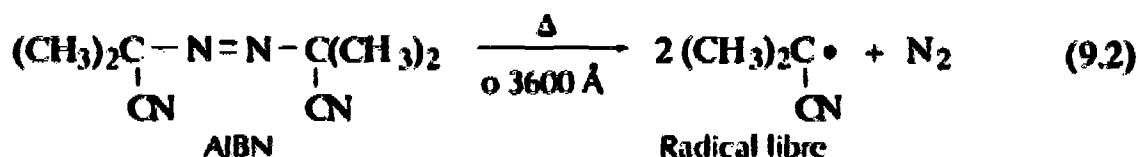


TABLE 9.2 Constantes de equilibrio de iniciadores comunes en varios disolventes¹.

Iniciador	Disolvente	Temp.(°C)	K_d (s ⁻¹)	E_a (kcal/mol ⁻¹)
2,2'-Azo-bis-isobutironitrilo (AIBN)	Benceno	40	5.4×10^{-7}	30.7
Fenil-azo-trifenilmetano	Benceno	25	4.3×10^{-6}	26.8

294
294

RESUMEN

1. Los peróxidos, como el peróxido de benzoilo, por ejemplo, y los compuestos diazo, como puede ser el azo-bis-isobutironitrilo, se descomponen homolíticamente con facilidad por la acción de la luz ultravioleta o del calor para dar radicales libres que sirven de iniciadores en la polimerización de reacción en cadena. Cada iniciador tiene una vida media característica. Su descomposición en radicales libres puede acelerarse mediante calentamiento o con agentes reductores.

2. La velocidad de iniciación de una polimerización en cadena de radicales libres, que es la etapa que determina la velocidad global, es proporcional al producto de las concentraciones de radicales libres ($R^\bullet$) y del monómero.

3. La velocidad de propagación es proporcional a las concentraciones del monómero y de los macrorradicales. La estabilidad adicional del macrorradical con el grupo funcional o el carbono terminal favorece la configuración de cabeza a cola.

4. La terminación de los macrorradicales en propagación puede producirse por acoplamiento o por desproporción. La longitud de cadena cinética $\bar{v}$ es igual al $\bar{DP}$ para el proceso de desproporción y a $\bar{DP}/2$ para el de acoplamiento. La velocidad de terminación es proporcional al cuadrado de la concentración de macrorradicales.

5. El grado de polimerización $\bar{DP}$ es inversamente proporcional a la raíz cuadrada de la concentración del iniciador y disminuye a medida que aumenta la temperatura.

6. Dado que las cadenas en crecimiento continúan propagándose hasta que se forma un producto de alto peso molecular, la concentración del monómero disminuye constantemente y tiende a cero a medida que se acerca el final de la reacción. En todo momento, antes del final de la polimerización, la composición del sistema consiste en monómeros y polímeros de peso molecular alto.

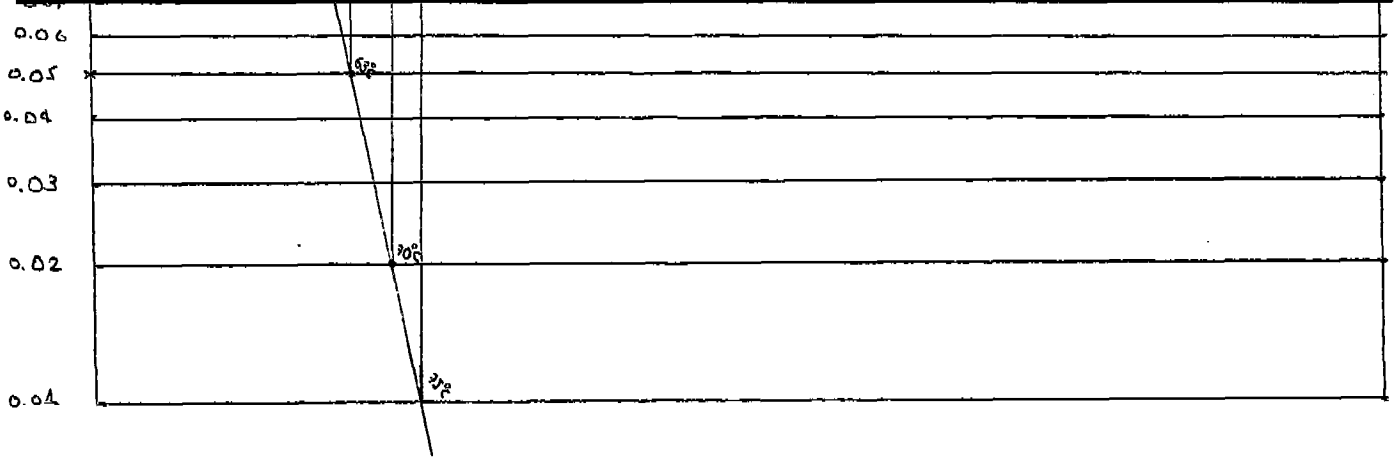
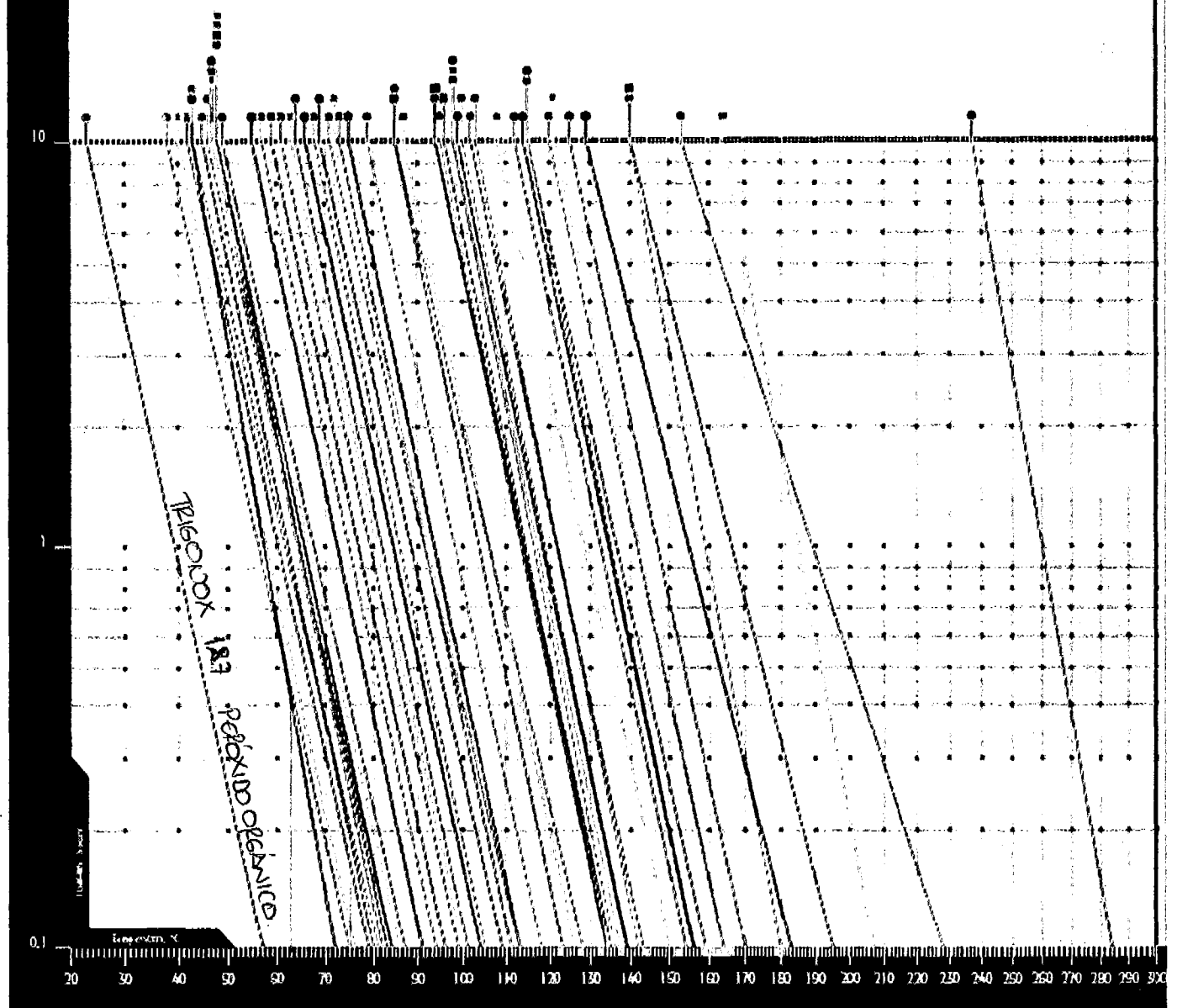
7. Por encima de la temperatura de techo característica no se producirá polimerización.

Por tanto, se pueden sacar las siguientes conclusiones sobre la polimerización en cadena de radicales libres utilizando un iniciador químico:

1. La velocidad de propagación es proporcional a la concentración de monómero y a la raíz cuadrada de la concentración del iniciador.
2. La velocidad de terminación es proporcional a la concentración del iniciador.
3. El peso molecular medio es proporcional a la concentración del monómero e inversamente proporcional a la raíz cuadrada de la concentración del iniciador.
4. La primera cadena iniciada produce rápidamente un polímero de alto peso molecular.
5. La concentración del monómero decrece constantemente durante la reacción y tiende a cero al final.
6. Los aumentos de las velocidades de iniciación, propagación y terminación con la temperatura siguen la ley de Arrhenius. Las energías de activación de la iniciación, de la propagación y de la terminación son aproximadamente 35, 5, y 3 kcal/mol, respectivamente. En las Tablas 9.3 y 9.4 se encuentran datos sobre energías de activación típicas.
7. Al aumentar la temperatura aumenta la concentración de radicales libres, y por tanto la velocidad de las reacciones, pero disminuye el peso molecular medio.
8. Si la temperatura excede un valor límite (T_c), el polímero se descompone sin que se produzca reacción de propagación a temperaturas por encima de T_c . La temperatura de techo (límite) para el estireno es 310°C y sólo 61°C para el α -metilestireno.

296
296
VARIACIÓN DEL $t_{1/2}$ VS $T^{\circ}(C)$

Initiators for High Polymers



PCT

WORLD INTELLECTUAL PROPERTY ORGANIZATION
International Bureau



INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(51) International Patent Classification ⁷: C08F 14/06, 4/34	A1	(11) International Publication Number: WO 00/17245 (43) International Publication Date: 30 March 2000 (30.03.00)
(21) International Application Number: PCT/EP99/06728 (22) International Filing Date: 10 September 1999 (10.09.99) (30) Priority Data: 98203176.7 21 September 1998 (21.09.98) EP (71) Applicant (for all designated States except US): AKZO NOBEL N.V. [NL/NL]; Velperweg 76, NL-6824 BM Arnhem (NL). (72) Inventors; and (75) Inventors/Applicants (for US only): VAN SWIETEN, "Andreas, Petrus [NL/NL]; Reinaldstraat 6, NL-6883 HM Velp (NL). WESTMIJZE, Hans [NL/NL]; Burgemeester Borcelaan 1, NL-7437 BB Bathmen (NL). SCHUT, Jacobus [NL/NL]; Fonteinkruid 137, NL-7422 MV Deventer (NL). (74) Agent: SCHALKWIJK, Pieter, Cornelis; Akzo Nobel N.V., Intellectual Property Dept. (Dept. AIP), P.O. Box 9300, NL-6800 SB Arnhem (NL).		(81) Designated States: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG). Published <i>With international search report.</i>
(54) Title: CONTINUOUS DOSING OF VERY FAST INITIATORS DURING POLYMERIZATION REACTIONS (57) Abstract The invention pertains to a process wherein peroxides are dosed to a polymerization mixture, with essentially all of the organic peroxide that is used in the polymerization process having a half-life from 0.05 hour to 1.0 hour at the polymerization temperature. The dosing of such peroxide allows for accurate control of the polymerization rate, and the process will render a polymer with a low residual peroxide level.		

menos 60-75°C, y ter-amil, ter-butil peroxitiodicodisano o peroxitiodicodisano, a temperaturas de polimerización de 58-87°C, preferentemente 75-80°C.

Pueden usarse también otros peróxidos. Pueden emplearse en cualquier de las categorías arriba mencionadas en las bases de vida media de 0,05 y 1,0 horas tal como se ha mencionado por sus valores de descomposición convencional en monóxido de carbono, también bien conocidos en el arte (ver por ejemplo el folio de iniciadores para otros polímeros "Initiators for High Polymers" con el código 10737 obtenido de Akzo Nobel). Como se ha mencionado anteriormente, el proceso según el presente invento requiere que el peróxido se use a la temperatura de polimerización en la cual la vida media del peróxido es de 0,05 a 1,0 horas. Más preferentemente, concretamente el peróxido utilizado tenga una vida media de 0,05 a 0,08 horas, aún más preferentemente 0,06 a 0,5 horas, todavía más preferible 0,08 a 0,5 horas, a la temperatura de polimerización.

En un contexto particular, el invento se refiere a un proceso en el cual la mezcla de polimerización se formula a una temperatura por debajo de la temperatura de reacción (de polimerización) y subsecuentemente calentada para iniciar la dicha reacción de polimerización. En tal arranque (de inicio) del proceso preferiblemente el 10% en peso, más preferible 20 a 40% en peso del peróxido, basado en el peso total de peróxido utilizado en la polimerización, está presente al comienzo de la fase de calentamiento, mientras el resto se disuelve en un período de al menos 1, preferible 2, y más preferible 2-4 horas, dependiendo del tiempo de polimerización. Más preferentemente, el resto de peróxido se disuelve desde el momento en que la temperatura de reacción de la mezcla se controla a la temperatura de reacción deseada. El uso de un pequeño porcentaje de peróxido desde el comienzo permite un calentamiento rápido y el inicio de la polimerización, creando que este peróxido se descomponga (parcialmente) durante el calentamiento rápido y el inicio de la polimerización. Cuando la mezcla de polimerización alcanza la temperatura de polimerización, el resto del peróxido puede descomponerse a la vez para suministrar el ritmo de polimerización. Preferentemente, la descomposición será continua, ya que esto permite al control más preciso del ritmo de polimerización y una producción de calor de polimerización constante, asegurando la mayor eficiencia y la calidad de la resina. El tiempo de descomposición de 1-4 horas permite un uso muy eficiente del iniciador. Con el uso de estos tiempos de descomposición, se alcanzan altos rendimientos de polímero de alta calidad.

En otro contexto particular, la mezcla de reacción se formula a, o cerca de, la temperatura de polimerización. En este proceso, en adelante llamado proceso de arranque caliente, se es preciso añadir una cierta cantidad de peróxido al inicio mientras el resto se disuelve a lo largo de su duración. Sin embargo, también en este proceso de arranque caliente puede ser beneficioso añadir hasta un 20% en peso de peróxido inmediatamente después de la formación de la mezcla de reacción, y el resto a lo largo de su duración. También en este proceso de arranque caliente es preferible que haya al menos un 10% en peso de todos el peróxido presente desde el momento de que la mezcla de reacción alcanza la temperatura de reacción (polimerización). Si se utiliza este procedimiento, el peróxido según el invento se añade preferentemente como último ingrediente. Este procedimiento se prefiere particularmente al una cierta cantidad de inhibidor de polimerización (unas especies atrapadoras de radicales) está presente en la mezcla de reacción. Si tal degradador de radicales está presente, por ejemplo porque se ha introducido con el monómero donde se utiliza típicamente como estabilizante, el peróxido añadido inicialmente reaccionará con el dicho degradador, previniendo así el inicio de la reacción de polimerización retardada.

La cantidad de peróxido a utilizar en un proceso según el invento está en el intervalo convencional usado en los procesos de polimerización. Típicamente se utilizan de 0,01 a 1% en peso de peróxido, más concretamente 0,01 a 0,5% en peso, basado en el peso del monómero o monómeros a ser polimerizados.

El peróxido se disuelve al reactor en forma pura o, preferentemente, en una solución diluida o dispersión. Una o más disoluciones apropiadas pueden usarse para diluir el peróxido. Preferentemente, tales disoluciones lo eliminan fácilmente durante los etapas de trabajo con el polímero después del proceso de polimerización, o con el monómero que resulta después que permanezca como un residuo en el reactor final. Además, tales disoluciones no afectan generalmente a la calidad de la resina de peróxido durante su vida, o sea, se pueden vertir sin afectar la calidad de la vida media del peróxido en dicho reactor. Un ejemplo de dicha disolución es el hexano. Si se utiliza una mezcla de disolventes, la proporción de peróxido en la mezcla de disolventes debe ser suficiente para que la vida media del peróxido en la mezcla de disolventes sea de 0,05 a 1,0 horas. La dispersión de peróxido en un monómero de 1 a 99% en peso, más preferible de 1,5 a 25% en peso, o más preferible de 2 a 10% en peso. Las disoluciones o dispersiones más diluidas se usan en una mezcla rápida del peróxido y la mezcla de polimerización, lo cual conduce a un uso más eficiente del peróxido.

El proceso de polimerización puede realizarse como un proceso masivo, en que la reacción es de monómero polimerizante, o como un proceso de suspensión en que la mezcla de reacción es típicamente una suspensión de monómero en agua, o como un proceso de emulsión o micro-emulsión en que el monómero está en forma típica emulsionada en agua. En estos procesos se usan los aditivos conocidos, por ejemplo, si el monómero está presente en forma de suspensión en agua, los aditivos conocidos como surfactantes, colorantes protectores, agentes anti-emulsionantes, activadores de pH, etc., pueden estar presentes. Dependiendo del tipo de polímero deseado se puede preferir uno de los procesos mencionados. El proceso según el invento está especialmente adecuado a procesos masivos y en suspensión.

Después de la polimerización, el polímero o copolímero (o resina) se tambeja de la manera habitual en el arte. Los polímeros obtenidos por una polimerización en suspensión según el invento, se sometieron al usual secado y tamizado. La resina resultante preferentemente se cominutará por su contenido menor de 50 ppm de peróxido residual, mejor

menos de 40 ppm, y mejor aún menos de 25 ppm de peróxido, inmediatamente después de secarla durante 1 hora a 60°C y tamizada. Se encontró que la resina obtenida excelente estabilidad térmica medida con una escala Mettler-Peak 260 según el método ISO 182-2 (1990B). La mejora en la estabilidad térmica se probó con que apenas se descoloraba cuando se sometía a procesos de imitación, por ejemplo, para fabricar artículos con forma.

Experimentos

En un experimento de polimerización estándar en suspensión, se usó un reactor de acero inoxidable Batchi de 5 litros con calentamiento por agua a presión, un agitador de tres hélices, un termómetro de precisión, una línea de ultrasonido de VCM, una línea de purga con nitrógeno y una línea para tomar muestras de la fase gaseosa. Se usó la siguiente configuración:

2600 g de agua desmineralizada,

1 g de Na₂HPO₄ y

1 g de NaH₂PO₄ (de Bacter)

y se presuriza a 15 barg, utilizando nitrógeno. Si no se observan fugas, el reactor se vacía y se presuriza con nitrógeno a 5 barg tres veces para purgar virtualmente todo el aire. Si no se desifica todo el peróxido, se añade la cantidad deseada de peróxido. A continuación, el reactor se vacía y se carga con 0,75 g de VCM de Akzo Nobel Sult & Butyls y 3,4 g de n-butano de Praxair (mezclado primero con el VCM), se continúa calentando el reactor de forma que la mezcla de reacción está a la temperatura deseada de polimerización en una hora. Después de la carga de la mezcla de reacción, se añade a la mezcla de reacción una solución de 1,0125 g de (isobutero) KP-08 de Nippon Chemical en el calentamiento, se añade a la mezcla de reacción una solución de 1,0125 g de (isobutero) KP-08 de Nippon Chemical en 100 g de agua desmineralizada. Desde este momento la conversión se monitoriza midiendo la fase gas del reactor, como se conoce en el arte. Después de una disminución de la presión a 7,5 barg de reacción, lo que ocurre antes, la polimerización continúa durante una media hora, y entonces el reactor se calienta a 20-25°C, se vacía y se llena virtualmente de todo el resto de VCM. El polímero se obtiene por filtración, lavado y secado (a 60°C durante 1 hora en vacío finalizado).

El peróxido utilizado, la cantidad desificada, y los resultados de la polimerización se recogen en las tablas 1-4 siguientes. La punta de calor se correlaciona con la máxima pendiente en la curva de conversión en el tiempo. Cuando la punta de calor se genera en un momento determinado y más difícil es cuando la temperatura de la mezcla de reacción. Se presiona un punto de calor justo con una ramificación de 50 milímetros de peso que en ese caso se indica en el punto en la eficiencia del reactor. A menos que se especifique otra cosa el peróxido se desifica desde el inicio del calentamiento.

TABLA 1

Ejemplo	1	A
Iniciador	2,2,4-trimetilperil-2-poroxitiodicodisato	
Vida media a 42 °C	0,21 horas	
Cantidad	0,1 % en peso en VCM	
Forma de desificación	Diluido con 100 g de hexadecano	n.r.
Añadido al inicio/desate (en peso)	0/100	100/0
Tiempo de desificación (horas)	3	n.r.
Temperatura de polimerización (°C)	42	42
Altura del pico de calor	55	20
Eficiencia del polímero (%)	90	Demasiado bajo (<80)
n.r. = no relevante		

ES 2 306 526 T3

TABLA II

Ejemplo	2	3	B
Iniciador	Peróxido de Dilsobutanol (Trigenox 107-C50 de Alzo Nobel)		
Vida media a 57 °C	0,1 horas		
Cantidad	0,1 % en peso en VCM		
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de leododecano		n.r.
Añadido al iniciador (en peso)	0/100	0/100	100/0
Tiempo de dosificación (horas)	2	4	n.r.
Temperatura de polimerización (°C)	57	57	57
Altura del pico de calor	74	78	8
Eficiencia del polímero (%)	80	90	48

TABLA III

Ejemplo	4	5	C
Iniciador	2,2,4-trimetilpentil-2-peróxido neodecanoato (Trigenox 423-C70 de Alzo Nobel)		
Vida media a 57 °C	0,13 horas		
Cantidad	0,05 % en peso en VCM		
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de leododecano		n.r.
Añadido al iniciador (en peso)	0/100	0/100	100/0
Tiempo de dosificación (horas)	0,17	4	n.r.
Temperatura de polimerización (°C)	72	72	72
Altura del pico de calor	30	45	25
Eficiencia del polímero (%)	66	83	48

ES 2 306 526 T3

TABLA IV

Ejemplo	6	D
Iniciador	Bis(2-propilperóxido) caproico	
Vida media a 57 °C	0,18 horas	
Cantidad	0,075 % en peso en VCM	
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de leododecano	
Añadido al iniciador (en peso)	0/100	100/0
Tiempo de dosificación (horas)	2	n.r.
Temperatura de polimerización (°C)	57	57
Altura del pico de calor	75	18
Eficiencia del polímero (%)	70	Demasiado baja

TABLA V

Ejemplo	7	8	9	E
Iniciador	Tert-butil peróxido neodecanoato (Trigenox 23-C75 de Alzo Nobel)			
Vida media a 57 °C	0,15 horas			
Cantidad	0,05 % en peso en VCM			
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de leododecano			n.r.
Añadido al iniciador (en peso)	0/100	0/100	0/100	100/0
Tiempo de dosificación (horas)	0,42	2	4	n.r.
Temperatura de polimerización (°C)	80	80	80	80
Altura del pico de calor	28	67	57	73
Eficiencia del polímero (%)	58	77	57	68

ES 2 306 526 T3

Claramente una selección adecuada de los tiempos de dosificación influye en la eficiencia alcanzable. Se observó además que en estas pruebas, en las cuales el ensuciamiento de la superficie del reactor es típicamente muy observable, debido *inter alia* a la alta temperatura de la pared del reactor, se observó menos ensuciamiento en las pruebas en las que el período se dosificó en 2 o 4 horas.

TABLA VI

Ejemplo	10	
Iniciador	2,2-bis-(2,2-dimetilpropanoilperoxi)-4-metil pentano	
Vida media a 67 °C	0,18 horas	
Cantidad	0,12 % en peso en VCM	
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de isododecano	n.r.
Añadido al inicio/dosis (en peso)	42/58	
Tiempo de dosificación (horas)	1 hora después del inicio del calentamiento en 2 hora	
Temperatura de polimerización (°C)	53	
Altura del pico de calor	39	
Eficiencia del polímero (%)	88	

ES 2 306 526 T3

TABLA VII

Ejemplo	11	F
Iniciador	Trigonox 187-C30	di-2-etilhexilperoxid dicarbonato (Trigonox EHP-C70) y Trigonox 187-C30
Vida media a 57 °C	0,1 horas	3,1 y 0,1 horas respectivamente
Cantidad	0,1 % en peso en VCM	0,06 % en peso en VCM
Forma de dosificación	Diluido con 100 g de isododecano	
Añadido al inicio/dosis (en peso)	40/60	0,05 % en peso EHP al inicio 0,01 % en peso 187 dosificado (83/17)
Tiempo de dosificación (horas)	18 minutos después del inicio del calentamiento en 3 horas	2,5 horas después del inicio del calentamiento en 1 hora
Temperatura de polimerización (°C)	57	57
Altura del pico de calor	34	45
Eficiencia del polímero (%)	81	80
Período residual	<32 ppm*	150ppm**
* = en la resina final, medido por titulación yodométrica en oxígeno activo, expresado como Trigonox 187, inmediatamente después del secado y tamizado.		
** = en la resina final, medido por titulación yodométrica en oxígeno activo, expresado como Trigonox EHP, inmediatamente después del secado y tamizado.		

302

BS 2 306 526 T3

REIVINDICACIONES

1. Proceso para polimerizar cloruro de vinilo monómero y copolimerizar otros monómeros utilizando uno o más
3 patentes, en el cual al menos parte del patógeno que se disuelve a la reacción de polimerización a la temperatura
de reacción, se polimeriza en un proceso de reacción en el que el patógeno de polimerización
tiene una alta actividad de reacción y se polimeriza en un proceso de reacción en el que el patógeno de polimerización
de vinilo monómero y patógeno de vinilo monómero se polimeriza en un proceso de reacción en el que el patógeno de polimerización
se mide inmediatamente después de la polimerización y el estado del (co)polímero durante 1 hora a 60°C.
- 10 2. Proceso según la reivindicación 1, en el cual el patógeno disuelto a la temperatura de reacción se disuelve de
forma continua.
- 15 3. Proceso según las reivindicaciones 1 y 2 en el cual al menos el 10% en peso de la cantidad total de inhibidor
está presente al comienzo de la reacción de polimerización, hasta antes de que la reacción de reacción se caliente a la
disolución temperatura de reacción, como en un proceso de arranque en frío, como cuando la temperatura de la reacción
de reacción está a la dicha temperatura de reacción, como en un proceso de arranque en caliente.
- 20 4. Proceso según la reivindicación 3 en el cual del 10 al 40% en peso, más preferentemente 20-40% en peso, de la
cantidad total de patógeno está presente al inicio del proceso de polimerización.
5. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el cual el patógeno, o el resto del patógeno, se disuelve
durante un período de al menos 1, preferentemente 2, y más preferentemente más 4 horas, a la temperatura de reacción.
- 25 6. Polímero o (co)polímero basado en cloruro de vinilo obtenible por uno cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5,
que tenga menos de 50 partes en peso de patógeno residual sobre un millón de partes en peso del (co)polímero, cuando
se mide inmediatamente después de la polimerización y el estado del (co)polímero durante 1 hora a 60°C.
- 30 7. Uso de un (co)polímero de cloruro de vinilo según las reivindicaciones 1 a 6 en un proceso de moldeo en el
que se lleva el calentamiento del (co)polímero por encima de su temperatura de fusión.

303
303

**SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES**

2020

Abogada
LUZ HELENA ADARVE GOMEZ
Apoderada

ASUNTO	Radicación	04-56935
	Trámite	002
	Evento	001
	Actuación	430 . 7129
	Oficio	
	Folios	016

Patente de Invención	☒	Patente de Modelo de Utilidad	☐
Vía Nacional	☐		
Vía PCT (fase nacional)	☒	Cap. I	☐
		Cap. II	☒

No. Sol. Internacional	<u>PCT/EP02/14518</u>
Fecha de Presentación Internal.	<u>18 de diciembre de 2002</u>

Como resultado del examen de fondo, realizado con fundamento en el artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica:

1. Documentos estudiados

- | | | |
|------|-----------------------------|--|
| 1.1. | <u>Descripción:</u> | Folios: 116 a 138 |
| | | Folios: 246 a 266 (modificación) |
| 1.2. | <u>Reivindicaciones:</u> | Folios: 139 a 141 |
| | | Folios: 267 a 268 (modificación) |
| 1.3. | <u>Prioridad:</u> | 21 de diciembre de 2001, US No. 60/342,434 |
| 1.4. | <u>Rta. del solicitante</u> | Folios: 281 a 292 |

2. Objeto de la invención

- El Título de la solicitud es: **"DOSIFICACION CONTINUA DE INICIADORES EXTREMADAMENTE RAPIDOS DURANTE LAS REACCIONES DE POLIMERIZACION"** (Folio 1).

- La presente invención se relaciona con un proceso para polimerizar o copolimerizar monómeros de cloruro de vinilo en donde uno o más iniciadores orgánicos son dosificados a la mezcla de polimerización a la temperatura de reacción durante dicha polimerización

En la **Reivindicación Independiente 1** se plantea un proceso para polimerizar a una temperatura de mezcla de reacción polimerizante, **caracterizado porque** comprende monómero de cloruro de vinilo y monómeros adicionales opcionales, utilizando uno o más iniciadores, que incluyen al menos un iniciador orgánico con un tiempo de vida media de desde 0,0001 horas a 0,050 horas a la temperatura de polimerización, con al menos parte de dichos iniciadores siendo dosificados a la mezcla de reacción polimerizante, el proceso comprende adicionar al menos un iniciador orgánico con un tiempo de vida media de desde 0,0001 horas a 0,050 horas a la temperatura de polimerización a la mezcla de reacción polimerizante a dicha temperatura de polimerización, en donde la temperatura de polimerización está por encima de la temperatura a la cual la vida media del al menos un iniciador orgánico es 0,050 horas.

- El problema planteado en esta solicitud consiste en desarrollar un proceso de polimerización de monómeros de cloruro de vinilo que permita obtener elevados índices de polimerización en períodos cortos de tiempo, bajos niveles de peróxido residual donde la resina obtenida tenga mejores propiedades de estabilidad al calor y niveles bajos de ojo de pez.
- El objeto de la invención definido se catalogó como **C08F 14/06**, según la Clasificación Internacional de Patentes (IPC).

3. De la solicitud de Patente

3.1. Reivindicaciones (artículo 30 D 486)

- En la reivindicación independiente 1 "...el iniciador orgánico tiene un tiempo de vida media de desde 0,0001 horas a **0,050 horas** a la temperatura de polimerización...". En la reivindicación 6 también se menciona que "...todo el iniciador o los iniciadores tienen una vida media de desde 0,0001 horas a **0,050 horas** a la temperatura de polimerización" (Negrita Personal).

El planteamiento de las reivindicaciones citadas da a entender, sin ninguna interpretación, que el intervalo es cerrado, es decir, que **incluye** los valores que limitan el intervalo: 0,0001 y 0,050 horas. No hay nada en la redacción de las reivindicaciones que muestre que el valor de 0,050 horas está excluido del intervalo.

El capítulo descriptivo se explica que: *"Los nuevos procesos se caracterizan porque se utilizan iniciadores orgánicos extremadamente rápidos en el proceso de polimerización, cuyos iniciadores tienen una vida media de 0,0001 hora a 0,050 horas a la temperatura de polimerización, más preferiblemente desde 0,001 a 0,050 horas, más preferiblemente desde 0,002 a 0,0050 horas. Se anota que el término "a 0,050 horas" no comprende el valor 0,050"* (Negrita Personal) (Folio 248).

De otro lado, en la reivindicación 1 se menciona que "...la temperatura de polimerización está por encima de la temperatura a la cual la vida media del al menos un iniciador orgánico es 0,050 horas", sin embargo, dicha características se redacta de forma confusa, por ello parece no encontrarse claro sustento en la descripción.

Si una reivindicación es clara, se entiende por sí misma sin necesidad de acudir a la descripción. Además, una reivindicación debe estar enteramente sustentada por la descripción.

Teniendo en cuenta lo anterior, la forma como está planteado el intervalo en las reivindicaciones es inconsistente con la explicación provista en el capítulo descriptivo, por lo tanto, se recomienda modificar las reivindicaciones citadas de modo que dicha inconsistencia quede subsanada y finalmente aclarar las temperaturas de polimerización y la temperatura a la cual la vida media del iniciador es de 0,050 horas.

- En conclusión, las reivindicaciones 1 y 6 no son claras y tampoco están enteramente sustentadas por la descripción tal como se requiere según lo expresado en el artículo 30 de la Decisión 486.

4. Determinación del Estado de la Técnica

- La fecha que se ha tenido en cuenta para determinar el Estado de la Técnica es:

Fecha de presentación de la solicitud prioritaria: 21 de diciembre de 2001

- Teniendo en cuenta la fecha indicada se realizó la búsqueda en el estado de la técnica de documentos relacionados con la solicitud encontrándose el siguiente documento relevante:

Nº	Documento	Título	Fecha de publicación
D1	WO0017245	"CONTINUOUS DOSING OF VERY FAST INITIATORS DURING POLYMERIZATION REACTIONS"	30 de marzo de 2000

5. Análisis de patentabilidad (artículo 14 D 486)

5.1. Nivel inventivo (artículo 18 D 486)

- El Técnico

El técnico de nivel medio versado en la materia encargado de resolver el problema técnico puede ser un ingeniero químico que labore en la producción de polímeros y que atiende a planes de mejoramiento continuo normalmente formulados por las empresas.

- El Problema Técnico

El problema que se espera solucionar con la invención de la solicitud, es un problema conocido en el estado del arte como bien se puede comprobar de la lectura de D1.

- El Estado de la Técnica

En el estado de la técnica se encuentran diversas alternativas en la producción de PVC por reacciones de polimerización de cloruro de vinilo donde se emplean iniciadores tales como los peróxidos orgánicos. De hecho, los estudios del desempeño de los peróxidos orgánicos son variados. Se conoce que en la polimerización utilizando iniciadores químicos, los aumentos de las velocidades de iniciación, propagación y terminación varían con la temperatura y siguen la Ley de Arrhenius¹:

$$T_{1/2} = \ln 2 / K_d \qquad K_d = A e^{-E_a/RT}$$

Donde A y E_a varía de acuerdo a la naturaleza del peróxido orgánico
R= 8.3142 J/mol°K T= Temperatura (°K)

Se conoce también que al aumentar la temperatura aumenta la concentración de radicales libres y por tanto la velocidad de las reacciones. Pero que las reacciones son altamente exotérmicas lo cual exige un estricto control de la temperatura de polimerización.

De los peróxidos como iniciadores orgánicos se conoce que son iniciadores con amplio rango de reactividades; cada iniciador tiene un tiempo de vida media característico, parámetro esencial en la selección del iniciador. Dicho parámetro es función de la naturaleza química y de la temperatura. De hecho, el incremento de la temperatura resulta en un incremento de la tasa de descomposición.

En el documento **WO0017245** (D1 de aquí en adelante) se divulga la existencia de un proceso para polimerizar monómeros de cloruro de vinilo y mezclas con otros monómeros opcionales, utilizando uno o más iniciadores, en donde al menos una parte del iniciador se dosifica a la mezcla de polimerización en la temperatura de reacción y existe la opción de dosificación continua.

El proceso de D1 se caracteriza porque esencialmente todo el peróxido orgánico utilizado en el proceso de polimerización tiene un tiempo de vida medio de 0,05 a 1,0 horas a la temperatura de polimerización.

Unos ejemplos preferidos de peróxidos para utilizarse en el proceso según el invento son los siguientes: 1,1,3,3-tetrametilbutil peróxi metoxi acetato, para reacciones de polimerización entre 35 y 50°C, preferentemente, 40 a 45°C. Diisobutanolperóxido, bis(tert-butilperóxido) oxalato o 2,2-bis(2,2-dimetilpropanilperóxido)-4-metilpentano, para reacciones de polimerización a 40 – 65°C, preferible 45 – 60°C. Alfa-cumil peroxineodecanoato. 2-(2,2-dimetilpropanoilperóxido)-2-(2-etil hexanoilperóxido)-4-metil pentano o 2,4,4-trimetilpencil-2-peroxineodecanoato, a temperaturas de polimerización de 53 – 79°C, preferentemente 60 – 75°C, y tert-amil, tert-butil peroxincodecanato o peroxidicarbonatos, a temperaturas de polimerización de 58 – 87°C, preferentemente 75 – 80°C. Finalmente, la cantidad de peróxido a utilizar en un proceso según el invento está en el intervalo convencional usado en los procesos de polimerización. Se utiliza de 0,01 a 1% en peso de peróxido, 0,01 a 0,5% en peso, basado en el peso del monómero a ser polimerizado.

¹ SEYMOUR, Raimond y CARRAHER, Charles. Introducción a la química de los polímeros. Editorial Reverté, 1996.

- La Solución Técnica

El proceso para polimerizar (Reivindicaciones 1 a 6)

De acuerdo con la reivindicación independiente 1 se entiende que el principio sobre el cual se fundamenta la propuesta consiste en que una mezcla de monómero de cloruro de vinilo y adicionales opcionales, se haga reaccionar con uno o más iniciadores, que incluyen al menos un iniciador orgánico tenga un tiempo de vida media de desde 0,0001 horas a 0,050 horas a la temperatura de polimerización, con al menos parte de dichos iniciadores siendo dosificados a la mezcla de reacción polimerizante. No obstante, D1 también divulga un proceso de polimerización a partir de monómeros de cloruro de vinilo y posibles adicionales, que incluyen al menos un iniciador orgánico con tiempo de vida media de por ejemplo 0,050 horas a la temperatura de polimerización, con al menos parte de dichos iniciadores siendo dosificados a la mezcla de reacción polimerizante.

Una diferencia encontrada entre la invención de la solicitud y D1 es que la primera enuncia que el tiempo de vida media es desde 0,0001 horas a 0,050 horas mientras que en D1 es desde 0,050 horas a 1 hora. Sin embargo hay un elemento cercano que es la posibilidad de un peróxido cuyo tiempo de vida media sea de 0,050 horas y también D1 muestra claramente las ventajas derivadas de utilizar iniciadores orgánicos extremadamente rápidos y la tendencia a emplearlos en temperaturas que logran tiempos de vida media bajos.

Es conocido que el tiempo de vida media de los peróxidos orgánicos es un parámetro que depende de la temperatura, de la naturaleza química del peróxido y del medio de reacción, como es evidente también de D1 (Tablas 1 a 7). Además, En D1 se ve claramente la habilidad de manipular el tiempo de vida de los peróxidos orgánicos durante o en el proceso de polimerización por **variación de las temperaturas de polimerización**. Por esto, una persona conocedora de la materia motivada por la expectación de mejorar el proceso podría serle obvio usar técnicas de optimización de rutina para ajustar las condiciones de operación del proceso variando las temperaturas de polimerización que disminuirían el tiempo de vida media de los iniciadores por debajo de 0,050 horas llevando directamente a aumentar la velocidad de descomposición y por ende la velocidad del proceso de polimerización.

Así las cosas, un técnico con conocimientos básicos en polimerización y con acceso a D1 podría desarrollar ensayos de rutina hasta llegar a procesos equivalentes a los de la solicitud en estudio de modo que logre efectos técnicos equivalentes. Por lo tanto, el proceso de la solicitud no parece generar un efecto sorprendente que evidencie un salto tecnológico respecto a lo conocido en el arte previo, más bien parece un mejoramiento que cae dentro de la línea normal del avance de la tecnología que un técnico de nivel medio puede realizar.

En conclusión, el proceso no posee Nivel Inventivo y no cumpliría con el requisito del artículo 18 de la Decisión 486.

6. Conclusión

Los requisitos de patentabilidad de la presente solicitud se encuentran afectados así:

Nº	Documento Nº	Reivindicaciones afectadas	Requisito que afecta
D1	WO0017245	1 – 6	Nivel Inventivo

7. Respuesta a los argumentos del solicitante

- La Oficina acepta los argumentos expuestos por el señor solicitante para establecer la Novedad del proceso estudiado.

En cumplimiento del artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le indica que debe dar respuesta dentro del término de 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.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única Nº 10 de 2001.


ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de División de Nuevas Creaciones

26 JUN, 2009

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista, de fecha _____

CONCEPTO TÉCNICO No. 1657	EXAMINADOR TÉCNICO Código No. 202042
-------------------------------------	--