

178  
~~178~~

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

2020  
Bogotá, D.C.,

Doctor  
**CARLOS HUMBERTO PALACIO EASTMAN**  
Abogado

|        |            |          |
|--------|------------|----------|
| ASUNTO | Radicación | 05-42315 |
|        | Trámite    | 002      |
|        | Evento     | 001      |
|        | Actuación  | 430      |
|        | Oficio     | 10733    |
|        | Folios     | 07       |

Patente de Invención

☒

Patente de Modelo de Utilidad

☐

Vía Nacional

☒

|                                 |                      |
|---------------------------------|----------------------|
| No. Sol. Internacional          | 10/916,0445          |
| Fecha de Presentación Internal. | 10 de Agosto de 2004 |

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

|                   |                                     |                             |
|-------------------|-------------------------------------|-----------------------------|
| Descripción:      | Folios: 146 a 164                   | modificada                  |
| Reivindicaciones: | Folios: 165 a 167                   | modificadas                 |
| Dibujos:          | Folios: 30 a 34                     | como se radicó inicialmente |
| Prioridad:        | Folios: 44 a 93                     |                             |
|                   | US 10/916,045, 10 de Agosto de 2004 |                             |

### 2. Objeto de la invención

Título de la solicitud  
Paquete tensoactivo para el tratamiento de pozos y un método para su utilización.

El problema planteado en esta solicitud es la necesidad de retirar las costras a base de petróleo formadas durante la perforación de los pozos y la adhesión del cemento a las paredes del pozo.

Para solucionar este problema técnico la solicitud en estudio proporciona una mezcla de tensoactivos que es útil para retirar las costras a base de petróleo y para proteger la lechada de cemento de la contaminación con petróleo.

Clasificación Internacional de Patentes (IPC) en C09K/02, E21B21/14, E21B37/06, E21B33/138, C04B111/70.

3. De la solicitud de Patente (según el caso)

Reivindicaciones (artículo 30 D 486)

El capítulo reivindicatorio de la solicitud en estudio presenta los siguientes defectos:

- En la reivindicación 1, 10 y 11 se observa que se está definiendo el primer y segundo tensoactivos solamente por el parámetro HLB, lo cual no es aceptable para compuestos químicos (tensoactivos). Es así como caracterizar el primer tensoactivo con HLB entre 10 a15 no define la materia a patentar ya encierra un amplio número de tensoactivos, por ejemplo, triton X-45 (HLB=10.4), tween 80 (HLB=15), tween 65 (HLB=10.5), alcohol primario (C12-15) poli -EO (HLB=12), entre otros. Así mismo en la reivindicación 8, 10 y 11 el no definir el tensoactivo aniónico no define la materia a proteger. Es así como en las reivindicaciones anteriores se deben definir los tensoactivos no iónicos y aniónico utilizados en la invención.

Por lo anterior, el capítulo reivindicatorio no cumple con el requisito de de acuerdo al art. 30 de la Decisión 486.

4. Determinación del Estado de la Técnica

La fecha para determinar el estado de la técnica es 10 de Agosto de 2004, de acuerdo al la fecha de prioridad invocada. Tendiendo en cuenta la anterior fecha indicada, se realiza la búsqueda de las anterioridades de la presente solicitud, encontrándose los siguientes documentos relevantes:

| Nº | Documento                    | Título                                                                                            | Fecha de publicación |
|----|------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|
| D1 | ES 2077040                   | FLUIDOS FUNCIONALES                                                                               | 1995-11-16           |
| D2 | US6090754* equiv WO9929408   | SURFACTANT COMPOSITIONS FOR WELLBORE OPERATIONS, METHOD OF FORMING SAME AND METHODS OF USING SAME | 1999-06-17           |
| D5 | ES2250306* equiv. WO03048218 | METHOD OF PRODUCING REVERSE MICROEMULSIONS FROM NON-IONIC POLYMERS OR IONIC COPOLYMERS            | 2003-06-12           |

\*Equiv.: documento equivalente de la familia de patentes

5. Análisis de patentabilidad (según requisito) (artículo 14 D486)

Es importante mencionar que el siguiente análisis de patentabilidad se realizó teniendo en cuenta las objeciones de es numeral 3 de la presente comunicación.

Nivel inventivo (artículo18 D486)

Respecto a la reivindicación 1:

La reivindicación 1 dice: “Una mezcla de tensoactivos para tratar los pozos, que comprende:

- a) Un primer tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo- lipófilo de entre 10 y 15;
- b) Un segundo tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo de entre 2 y 6;

c) Un tensoactivo aniónico,  
donde el tensoactivo aniónico comprende un lauril éter sulfato de amonio con entre 3 y 15 moles de oxido de etileno.  
Respecto al estado de la técnica:

D1 describe el uso de surfactantes estructurados acuosos que pueden servir como fluidos espaciadores (antes de la cementación) para transportar las partículas sueltas del pozo y dejar una superficie limpia mojada con agua para prestar una buena unión con el cemento (Pág. 3 líneas 58-60), deben cumplir con una viscosidad baja y tener propiedades de suspensión de sólidos (Pág. 4 líneas 5-6). Estos están formulados con tensoactivos no iónicos, aniónicos ó catiónicos y electrolitos como salmuera de mar. Los tensoactivos no iónicos puede estar presentes opcionalmente, los utilizados son los tienen un HLB de 2-18 (Pág. 7 líneas 55-56) entre los cuales se incluyen alcoholes etoxilados, sorbitán esteres etoxilados, etc, donde todos anteriores compuestos contienen todos un grupo alquilo o alquenilo C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> y hasta 20 etilénoxi y/o grupos propilénoxi (Pág. 7 líneas 44-54). Los tensoactivos aniónicos pueden ser éteres con 1 hasta 20 grupos etilénoxi como el lauril monoetoxi sulfato de amonio (Pág. 7 líneas 28).

D2 relaciona una composición de tensoactivos para operaciones en pozos, que incluye limpieza, cementación, etc. (Col 3 líneas 16-23) en las paredes de los pozos. Los alquil poliglicólicos pueden ser usados eficientemente como agentes humectantes, dispersantes y/o emulsionantes en un ambiente básico como en la lechadas de cemento (Col 2 líneas 18-22). La composición mejorada de surfactantes consiste en un primer y segundo surfactantes del grupo consistente de los alquil poliglicosidos, con 9 a 13 y 12 a 18 grupos alquil respectivamente y un tercer surfactante seleccionado del grupo de los alcoholes etoxilados lineales (Col 3 líneas 24-37) que contiene cerca de 6 a 8 átomos de carbono y de 2 a 8 óxidos de etileno y un HLB entre 4 a 12 (Col 5 líneas 8-15).

Análisis de las diferencias respecto al estado de la técnica:

| Características Esenciales                                                                                                                   | D1<br>ES2077040          | D2<br>US6090754          |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|--------------------------|
| Un primer tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo- lipófilo de entre 10 y 15                                                       | SI (Pág. 7 líneas 55-56) | NO                       |
| Un segundo tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo de entre 2 y 6                                                         | NO                       | SI (Col 5 líneas 14-15). |
| Un tensoactivo aniónico, donde el tensoactivo aniónico comprende un lauril éter sulfato de amonio con entre 3 y 15 moles de oxido de etileno | SI (Pág. 7 líneas 28)    | NO                       |

Respecto a la solicitud en estudio D1 es el documento del estado de la técnica más cercano porque describe el uso de surfactantes estructurados para tratar de pozos, en los ejemplos 4 y 5 se mezcla dos surfactantes uno no iónicos y uno aniónico.

La solicitud colombiana se diferencia en D1 por el uso de otro tensoactivo no iónico.

El problema técnico objetivo es lograr una mezcla de tensoactivos que se comporte como un agente emulsificante, un agente de limpieza, un agente de dispersante y un agente de humectante de acuerdo con las necesidades de tratamiento del pozo.

D2 muestra la solución a este problema técnico, ya que describe que al formular una mezcla de tensoactivos no iónicos como los alquil poliglicosidos y un alcohol

etoxilado lineal, la mezcla puede actuar como un humectante, un dispersante y emulsificante de acuerdo al parámetro de solubilización deseado (Col 2 líneas 18-22, Col 5 líneas 16-67 ).

Es así como un experto medio que tuviera acceso a los documentos D1 y D2, podría verse motivado a incluir otro tensoactivo no iónico con un HLB bajo, ya que en los pozos de petróleo el medio dispersante es aceite y el agente disperso es la mezcla de tensoactivos, siendo necesario un emulsificador W/O como son los tensoactivos con HLB de 2 a 6. Por lo tanto incluir este tensoactivo no representa un avance tecnológico sobre el estado de la técnica.

En conclusión, esta reivindicación y sus dependientes se encuentran afectadas en su nivel inventivo ya que se derivan de manera evidente del estado de la técnica y pueden ser obvias para un experto en la materia.

Respecto a la reivindicación 8:

La reivindicación 8 dice: "Una mezcla de tensoactivos para tratar los pozos, que comprende:  
a) Un primer tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo- lipófilo de entre 10 y 15;  
b) Un segundo tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo de entre 2 y 6;  
c) Un tensoactivo aniónico,  
donde el tensoactivo el primer y el segundo tensoactivo no iónico comprende un tridecanol etoxilado.

Respecto al estado de la técnica:

| Características Esenciales                                                             | D1<br>ES2077040          | D2<br>US6090754          |
|----------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|--------------------------|
| Un primer tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo- lipófilo de entre 10 y 15 | SI (Pág. 7 líneas 55-56) | NO                       |
| Un segundo tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo de entre 2 y 6   | NO                       | SI (Col 5 líneas 14-15). |
| Un tensoactivo aniónico,                                                               | SI (Pág. 7 líneas 28)    | NO                       |
| donde los tensoactivos no iónicos comprende un tridecanol etoxilado                    | NO                       | SI (Col 5 líneas 10-12)  |

Respecto a la solicitud en estudio D1 es el documento del estado de la técnica más cercano porque describe el uso de surfactantes estructurados para tratar de pozos.,

La solicitud colombiana se diferencia en D1 por utilizar otro tensoactivo no iónico y por la clase de tensoactivos no iónicos utilizados siendo estos un tridecanol etoxilado.

La primera diferencia ya se analizo con la reivindicación anterior; con respecto del tridecanol etoxilado se puede observar que utilizar este tipo de tensoactivo no le da un efecto técnico sorprendente a esta reivindicación, ya que de acuerdo a lo divulgado en D1 donde se especifica que entre los tensoactivos no iónicos usados se encuentran los alcoholes etoxilados con C<sub>8</sub>-C<sub>22</sub> con hasta 20 grupos etilénoxi y D2 utiliza alcoholes etoxilados de cadena lineal donde la cadena alquil se encuentra entre C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>. En los ejemplos se usa el NEODOL 91-2.5 que es la marca de Shell Chemical para alcoholes etoxilados, donde 91 indica los átomos de carbono de la cadena (C<sub>9</sub>-C<sub>11</sub>) y el número que va después es el promedio de las moléculas de oxido de etileno adicionadas, pero Shell también dispone de alcoholes etoxilados con

(C<sub>12</sub>-C<sub>13</sub>) con diferentes HLB, como por ejemplo, N23-1(HLB 3.7), 23-2 (HLB 6.5) y 23-6.5 (HLB 11.8) mostrando que un mismo grupo de surfactantes puede satisfacer las características deseadas como humectantes, emulgente o detergente. Además, D2 enseña la mezcla de dos tensoactivos iónicos de la misma clase como los poliglucosidos, especificando que los de cadena larga tiene propiedades emulgentes y los de cadena corta actúan como humectantes (Col 3 líneas 1-3, Col 5 líneas 37-47).

Es así como un experto medio que tuviera acceso a los documentos D1 y D2, podría verse motivado usar el tridecanol etoxilado como tensoactivos no iónicos con diferentes rangos de HLB. Es así como incluir este tensoactivo no representa un avance tecnológico sobre el estado de la técnica, ya que previamente se manejaban alcoholes etoxilados para tratar pozos.

En conclusión, esta reivindicación y sus dependientes se encuentran afectadas en su nivel inventivo ya que se derivan de manera evidente del estado de la técnica y pueden ser obvias para un experto en la materia.

Respecto a la reivindicación 10 y 11:

La reivindicación 10 dice: "Una mezcla de tensoactivos para tratar los pozos, que comprende:

- a) Un primer tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo- lipófilo de entre 10 y 15;
- b) Un segundo tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo de entre 2 y 6;
- c) Un tensoactivo aniónico,

donde las concentraciones de los componentes de la mezcla es como sigue: primer tensoactivo no iónico entre 0.1 y 12% por vol., segundo tensoactivo no iónico entre 0.1 y 4.0% por vol., el tensoactivo entre 0.1 y 6.0% por vol.

La reivindicación 11 dice: "Un método para fabricar una mezcla de tensoactivos para tratar pozos, que comprende los pasos de:

- a) Proveer un fluido base;
- b) Mezclar un primer tensoactivo no iónico con un EHL de entre 10 y 15 en el fluido base para obtener una primera mezcla;
- c) Mezclar un tensoactivo aniónico con la primera mezcla para obtener una segunda mezcla; y
- d) Mezclar un segundo tensoactivo con un EHL de entre 2 y 6 con una segunda mezcla para formar la mezcla de tensoactivos,

donde las concentraciones de los componentes de la mezcla son como sigue: primer tensoactivo no iónico entre 0.1 y 12% por vol., segundo tensoactivo no iónico entre 0.1 y 4.0% por vol., y el tensoactivo aniónico entre 0.1 y 6.0% por vol.

Respecto a la reivindicación en estudio:

D5 describe que el sistema tensoactivo de la invención cuyo HLB debe estar comprendido entre 8 y 10 comprende, además de uno o más de dichos tensoactivos no iónicos "A", al menos un tensoactivo (no iónico "B") en el que todas sus cadenas hidrófobas son saturadas y el HLB mayor que 12, preferiblemente igual o mayor de 13, en una cantidad entre 2 y 20% en peso total del sistema tensoactivo empleado en la microemulsión. Se prefieren alcoholes etoxilados de HLB entre 13 y 18. El sistema puede contener un tensoactivo aniónico en una cantidad comprendida entre 0.1 y 10%. Cualquier tensoactivo aniónico puede utilizarse en esta invención (Pág. 5 líneas 20-31).

Esta diferencia no parece darle un efecto técnico sorprendente, ya que de acuerdo con la regla Griffin, que es ampliamente conocida en el área de los tensoactivos, la

cual define que dos tensoactivos pueden mezclarse siguiendo una regla lineal basada en las fracciones en peso:  $HLB_M = x_1 HLB_1 + x_2 HLB_2$ , donde  $HLB_1$  y  $HLB_2$  son los HLB de los surfactantes 1 y 2,  $x_1$ ,  $x_2$  son las fracciones de cada uno en la mezcla y  $HLB_M$  es el HLB de la mezcla. Es así como variando las "x" se puede obtener una serie continua de HLB entre los valores extremos (<http://www.firp.ula.ve/archivos/cuadernos/S210A.pdf>, pagina 4). Por lo tanto, hallar la concentración del segundo tensoactivo con un HLB entre 2 a 6 es un trabajo de rutina de un técnico medio y no es necesario altura inventiva para ello.

D2 utiliza la regla de Griffin para obtener la concentración de los tensoactivos tanto si se desea solubilizar el aceite de las paredes del lodo como para humectar la lechada de cemento (Col 5 líneas 41-47)

Es así como un experto medio de que tuviera acceso al documento D5 y D2, podría hallar la concentración del segundo tensoactivo no iónico, por medio de su trabajo habitual. Por lo tanto, la concentración del segundo tensoactivo con un HLB de 2 a 6 no representa un avance tecnológico sobre el estado de la técnica.

Con respecto al método de fabricación de la mezcla de tensoactivos, donde en primer lugar se disuelve el tensoactivo con un HLB de 10 a 15, luego se disuelve el tensoactivo aniónico y finalmente el tensoactivo no iónico con un HLB 2 a 6. Se analiza que el primer tensoactivo no iónico es hidrófilo de acuerdo a la definición misma del HLB (hydrophilic-lipophilic balance) que establece un límite de máxima eficacia para cada tipo o clase de tensoactivo, deduciéndose que entre más alto es el HLB de un agente, mayor será su carácter hidrófilo.

Es así como de acuerdo a la teoría de agentes tensoactivos, es más fácil para un tensoactivo hidrófilo disolverse en agua (fluido base, formulación 4-7 de la solicitud) que uno tensoactivo lipófilo. Por otro lado, el tensoactivo aniónico no influye sobre el sistema agua-tensoactivo hidrófilo y finalmente el tensoactivo lipófilo al encontrar un sistema con una superficie interfacial baja se disolverá fácilmente. Por lo tanto, el orden de adición sería obvio para un técnico medio en el arte no presentando un avance tecnológico sobre el estado de la técnica, careciendo de nivel inventivo.

En conclusión, las reivindicaciones 10, 11 y sus dependientes se encuentran afectadas en su nivel inventivo ya que se derivan de manera evidente del estado de la técnica y pueden ser obvias para un experto en al materia.

7. Conclusiones

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

| N° | Documento N° | Reivindicaciones afectadas | Requisito que afecta |
|----|--------------|----------------------------|----------------------|
| D1 | ES 2077040   | 1-9                        | Nivel Inventivo      |
| D2 | US6090754    | 1-13                       | Nivel Inventivo      |
| D5 | ES2250306    | 10-13                      | Nivel Inventivo      |

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 N° 10 de 2001.

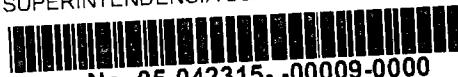
**ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL**  
Jefe de División de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista, de fecha  
24 SET. 2009

|                                    |                                               |
|------------------------------------|-----------------------------------------------|
| <b>CONCEPTO TÉCNICO</b><br>N° 3093 | <b>EXAMINADOR TÉCNICO</b><br>Código N° 202090 |
|------------------------------------|-----------------------------------------------|

As. 96.934

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 05-042315- -00009-0000

Fecha: 2009-12-18 16:19:02 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR  
Tra. 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO  
Act. 444 RESPUESTAREQUE Folios: 6

Señora

**JEFE DE DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES**

**SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO**

E.

S.

D.

REF: Expediente No. 05 042 315 – solicitud de patente de invención a favor de INTEVEP S.A.

Respuesta al oficio No. 10733 del 24 de septiembre de 2009

JUAN PABLO CADENA SARMIENTO, portador de la tarjeta profesional No. 57.492 del C.S.J., asumo el poder conferido en mi como apoderado de la sociedad INTEVEP S.A., según lo acredita el documento de poder presentado ante esa División y me permito dar respuesta a las observaciones de carácter técnico y jurídico, relacionadas con la patentabilidad, para la concesión de la patente de acuerdo con la Decisión 486 según el concepto técnico No. 3093 notificado por fijación en lista de fecha 24 de septiembre de 2009.

En primer lugar, adjuntamos un nuevo capítulo reivindicatorio de 1-11 reivindicaciones que subsana las objeciones realizadas por el Señor Examinador. Este capítulo no amplía la materia inicialmente divulgada y encuentra entero sustento en la descripción.

Asimismo, respetuosamente discrepamos de la opinión del Señor Examinador en cuanto a la carencia de nivel inventivo de la presente solicitud frente a los documentos D1 (ES2077040), D2 (US6090754) y D5 (ES2250306) para lo que presentamos los siguientes argumentos.

No existe indicación alguna en ninguno de los documentos citados por el Señor Examinador de las composiciones y procedimientos tal como se reivindicán en la presente solicitud, ni mucho menos que la combinación de dos tensoactivos no iónicos y un tensoactivo aniónico confiera un efecto técnico inesperado sobre la remoción de tortas de lodo en aceite de los pozos de perforación. De esta manera, la composición está diseñada para ser efectiva en la remoción de la torta de lodo previamente al proceso de cementado del pozo, mejorando las propiedades de adhesión del cemento y su resistencia a la degradación. Los ejemplos presentes en la descripción de la invención demuestran en su totalidad que la composición es efectiva en lograr la solución a este problema técnico, por lo que consideramos que la presente solicitud logra un efecto superior y una solución efectiva sobre el arte previo.

En los documentos D1, D2 y D5 se logran formulaciones que permiten la no contaminación de la pared de formación, pero no se aproximan a la mejora en la adherencia y a la no degradación de la lechada de cemento. De igual forma, en estos documentos se hace referencia a composiciones que funcionan como fluidos de perforación, fluidos de transferencia de calor, y otros tipos de fluidos que no indican en ningún momento composiciones que logren la remoción adecuada de la torta de lodo previamente al cementado, y que asimismo optimicen el desempeño de la lechada de cemento que se implementa en el proceso siguiente. De acuerdo con lo anterior, no existe ninguna motivación que permita a un técnico entrenado en la materia diseñar y escoger de manera específica los compuestos y concentraciones de la presente invención y así lograr el efecto sorprendente desarrollado por los inventores que se encuentra demostrado a lo largo de la descripción del documento. Por esta razón, consideramos que la posición del Señor Examinador, cuando afirma que la presente invención corresponde a una deducción obvia del arte previo, solo proviene de un análisis retrospectivo que le concede una ventaja adicional no disponible para los inventores en su proceso de investigación.

De acuerdo con estos argumentos, consideramos que tanto las composiciones específicamente diseñadas en la presente solicitud, como la solución planteada para el problema técnico correspondiente no son derivables en ningún momento de manera obvia para un técnico versado en la materia, lo cual confiere a la presente solicitud habilidad inventiva.

En vista de lo anteriormente expuesto, respetuosamente solicitamos el retiro de las objeciones de la presente solicitud y la concesión del privilegio solicitado, ya que en opinión del solicitante cumple con todos los requisitos establecidos en la decisión 486.

De la señora Jefe,



**JUAN PABLO CADENA SARMIENTO**

C.C. No. 80.410.337 de Usaquén

T.P. No. 57492 del C.S.J.

Calle 70A No. 4-41

Bogotá, 18 de diciembre de 2009

MXB/NFA

Anexo

## REIVINDICACIONES

1. Una mezcla de tensoactivos para tratar los pozos, que comprende:
  - un primer tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo entre 10 y 15 que comprende un alcohol de síntesis de ester modificado de fórmula  $R-CH_2-O(CH_2 CH_2O)_nH$  donde n es de 10 a 20;
  - un segundo tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo entre 2 y 6 que comprende un alcohol de síntesis de ester modificado de fórmula  $R-CH_2-O(CH_2 CH_2O)_nH$  donde n es de 3 a 10; y
  - un tensoactivo aniónico, donde el tensoactivo aniónico comprende un lauril éter sulfato de amonio con entre 3 y 15 moles de óxido de etileno.
2. La mezcla de tensoactivos de la reivindicación 1, donde el primer tensoactivo no iónico y el segundo tensoactivo no iónico se encuentran presentes a una proporción por volumen del primer tensoactivo no iónico con respecto al segundo tensoactivo no iónico de por lo menos 2.
3. El tensoactivo de la reivindicación 2, donde la proporción es por lo menos de 3.
4. La mezcla de tensoactivos de la reivindicación 1, que además comprende una sal.
5. La mezcla de tensoactivos de la reivindicación 1, donde la mezcla es un componente de una lechada de cemento.
6. Una mezcla de tensoactivos para tratar los pozos, que comprende:
  - un primer tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo de entre 10 y 15 que comprende tridecanol etoxilado;
  - un segundo tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo de entre 2 y 6 que comprende tridecanol etoxilado; y
  - un tensoactivo aniónico, comprende un lauril éter sulfato de amonio con entre 3 y 15 moles de óxido de etileno

7. La mezcla de tensoactivos de la reivindicación 6, donde el tensoactivo aniónico comprende un lauril éter sulfato de amonio con entre alrededor de 3 y alrededor de 15 moles de óxido de etileno.
8. Una mezcla de tensoactivos para tratar los pozos de acuerdo a la reivindicación 1, que comprende:
- un primer tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo entre 10 y 15 que comprende un alcohol de síntesis de ester modificado de fórmula  $R-CH_2-O(CH_2 CH_2O)_nH$  donde n es de 10 a 20;
  - un segundo tensoactivo no iónico con un equilibrio hidrófilo-lipófilo entre 2 y 6 que comprende un alcohol de síntesis de ester modificado de fórmula  $R-CH_2-O(CH_2 CH_2O)_nH$  donde n es de 3 a 10; y
  - un tensoactivo aniónico, donde el tensoactivo aniónico comprende un lauril éter sulfato de amonio con entre 3 y 15 moles de óxido de etileno;

y donde las concentraciones de los componentes de la mezcla son como sigue: primer tensoactivo no iónico entre 0.1 y 12.0 % por vol., segundo tensoactivo no iónico entre 0.1 y 4.0 % por vol., y el tensoactivo aniónico entre 0.1 y 6.0 % por vol.

9. Un método para fabricar una mezcla de tensoactivos para tratar los pozos, que comprende los pasos de:
- proveer un fluido de base;
  - mezclar un primer tensoactivo no iónico, que comprende un alcohol de síntesis de ester modificado de fórmula  $R-CH_2-O(CH_2 CH_2O)_nH$  donde n es de 10 a 20, en el fluido de base para obtener una primera mezcla;
  - mezclar un tensoactivo aniónico, donde el tensoactivo aniónico comprende un lauril éter sulfato de amonio con entre 3 y 15 moles de óxido de etileno, con la primera mezcla para obtener una segunda mezcla; y
  - mezclar un segundo tensoactivo no iónico, que comprende un alcohol de síntesis de ester modificado de fórmula  $R-CH_2-O(CH_2 CH_2O)_nH$  donde n es de 3 a 10, con la segunda mezcla para formar la mezcla de tensoactivos,

donde las concentraciones de los componentes de la mezcla son como sigue: primer tensoactivo no iónico entre 0.1 y 12.0 % por vol., segundo tensoactivo no iónico entre 0.1 y 4.0 % por vol., y el tensoactivo aniónico entre 0.1 y 6.0 % por vol.

10. El método de la reivindicación 9, donde el primer tensoactivo no iónico y el segundo tensoactivo no iónico se encuentran presentes a una proporción por volumen del primer tensoactivo no iónico con respecto al segundo tensoactivo no iónico de por lo menos 2.
11. El método de la reivindicación 10, donde la proporción es por lo menos de 3.



Shell Chemicals

# NEODOL 91-2.5

## PRIMARY ALCOHOL ETHOXYLATE

V2481

DERIVATIVES

DATASHEET

### Description

NEODOL 91-2.5 is based on Shell Chemicals' high purity C9-C11 NEODOL alcohol with an average of approximately 2.5 moles of ethylene oxide per mole of alcohol.

### Specification Properties

| Property            | Unit     | Value     |
|---------------------|----------|-----------|
| Hydroxyl number     | mg KOH/g | 203-213   |
| Molecular mass      | g/mol    | 263-276   |
| Color               | Pt-Co    | 30 max    |
| Water               | %m/m     | 0.1 max   |
| Ash                 | %m/m     | 0.2 max   |
| Polyethylene glycol | %m/m     | 1.0 max   |
| Appearance          | Visual   | LCSPB     |
| Acid number         | mg KOH/g | 0.05-0.20 |
| EO/Alcohol ratio    | mol/mol  | 2.4-2.6   |

a - An official sales specification is available from your local Shell Chemicals representative  
b - Liquid, clear to slightly hazy

### Typical Properties

| Property                    | Unit                      | Value |
|-----------------------------|---------------------------|-------|
| Density @ 40°C              | kg/l                      | 0.911 |
| Cloud Point, titrated       | ml H <sub>2</sub> O       | 36    |
| Flash Point                 | °C                        | 120   |
|                             | °F                        | 248   |
| Pour Point                  | °C                        | 20    |
|                             | °F                        | 4     |
| HLB number                  |                           | 8.1   |
| Viscosity, Kinematic @ 40°C | cSt or mm <sup>2</sup> /s | 11    |

### Storage and handling

Advice on the storage and handling of NEODOL alcohol ethoxylates can be found on our web site at [www.shell.com/chemicals](http://www.shell.com/chemicals) or by contacting your local Shell Chemicals representative.

### Hazard identification

NEODOL alcohol ethoxylates are eye irritants. While these products show only slight to moderate skin irritancy, prolonged and repeated contact can dry and de-fat the skin resulting in dermatitis. NEODOL alcohol ethoxylates show low to moderate oral, skin and respiratory toxicity. Before handling the product refer to the Safety Data Sheet, which is available online or from your local Shell Chemicals representative.

Product Code: V2481

NEODOL is a Shell trademark.

The expression 'Shell Chemicals' refers to the companies of the Shell Group which are engaged in chemical businesses. The 'Shell Group' refers to the companies in which Royal Dutch Shell plc directly and indirectly owns investments. Each of the companies which make up the Shell group of companies is an independent entity and has its own separate identity.

The information contained in this publication is to the best of our knowledge, true and accurate, but any recommendations or suggestions that may be made are without guarantee, since the conditions of use are beyond our control. Furthermore, nothing contained herein shall be construed as a recommendation to use any product in conflict with existing patents covering any material or its use.

191

a hydrocarbon such as toluene or an alcohol such as n-butanol. The reaction temperature is conveniently from 25°C to 200°C, preferably from 80°C to 150°C. The temperature may be achieved by conventional heating or by microwave irradiation.

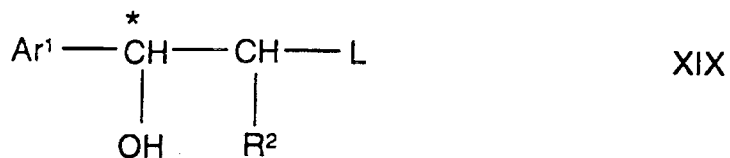
Process variant (a)(ii) may be carried out using conventional methods, for example by reaction with sodium borohydride under conventional conditions.

Process variant (b) may be carried out using known procedures for reduction of secondary alcohols to hydrocarbons. Process variant (c)(i) may be carried out using known procedures for O-alkylation, for example by reaction with an alkylating agent such as an alkyl halide under known conditions. Process variant (c)(ii) may be effected using known procedures for benzylic displacement reactions, the leaving moiety being e.g. tosylate, mesylate, halogen or hydroxy.

Compounds of formula I in free form may be converted into salt or solvate forms, and vice versa, in a conventional manner.

Compounds of the invention can be recovered from the reaction mixture and purified in a conventional manner. Isomers, such as enantiomers, may be obtained in a conventional manner, e.g. by fractional crystallization or asymmetric synthesis from corresponding asymmetrically substituted, e.g. optically active, starting materials.

Compounds of formula XVI are known compounds or can be prepared by processes analogous to those used for the preparation of the known compounds, for example the procedures described in Journal of Medicinal Chemistry 1987, 30, 1563-1566. Compounds of formula XVI in which the carbon atom indicated by the asterisk \* is chiral may be prepared from a compound of formula



where Ar<sup>1</sup> and R<sup>2</sup> are as hereinbefore defined and L is a leaving atom or group, as described in WO95/25104.

# NEODOL 23-2

## PRIMARY ALCOHOL ETHOXYLATE

**V2597**
**DERIVATIVES**
**DATASHEET**

### Description

NEODOL 23-2 is based on Shell Chemicals' high purity C12-C13 NEODOL alcohol with an average of approximately 2 moles of ethylene oxide per mole of alcohol.

### Specification Properties<sup>a</sup>

| Property            | Unit     | Value             |
|---------------------|----------|-------------------|
| Hydroxyl number     | mg KOH/g | 194-204           |
| Molecular mass      | g/mol    | 275-289           |
| Color               | Pt-Co    | 30 max            |
| Water               | %m/m     | 0.1 max           |
| Ash                 | %m/m     | 0.2 max           |
| Polyethylene glycol | %m/m     | 1.0 max           |
| Appearance          | Visual   | LCSP <sup>b</sup> |
| Acid number         | mg KOH/g | 0.05-0.20         |
| EO/Alcohol ratio    | mol/mol  | 1.8-2.2           |

<sup>a</sup> An official sales specification is available from your local Shell Chemicals representative.

<sup>b</sup> Liquid, clear to slightly hazy.

### Typical Properties

| Property                    | Unit                      | Value |
|-----------------------------|---------------------------|-------|
| Density @ 40°C              | kg/l                      | 0.891 |
| Cloud Point, treated        | ml H <sub>2</sub> O       | 23    |
| Flash Point                 | °C                        | 152   |
|                             | °F                        | 306   |
| Pour Point                  | °C                        | 0     |
|                             | °F                        | 32    |
| HLB number                  |                           | 6.5   |
| Viscosity, Kinematic @ 40°C | cSt or mm <sup>2</sup> /s | 14    |

### Storage and handling

Advice on the storage and handling of NEODOL alcohol ethoxylates can be found on our web site at [www.shell.com/chemicals](http://www.shell.com/chemicals) or by contacting your local Shell Chemicals representative.

### Hazard identification

NEODOL alcohol ethoxylates are eye irritants. While these products show only slight to moderate skin irritation, prolonged and repeated contact can dry and de-fat the skin resulting in dermatitis. NEODOL alcohol ethoxylates show low to moderate oral, skin and respiratory toxicity. Before handling the product refer to the Safety Data Sheet, which is available online or from your local Shell Chemicals representative.

Product Code: V2597

NEODOL is a Shell trademark.

The expression 'Shell Chemicals' refers to the companies of the Shell Group which are engaged in chemical businesses. The 'Shell Group' refers to the companies in which Royal Dutch Shell plc directly and indirectly owns investments. Each of the companies which make up the Shell group of companies is an independent entity and has its own separate identity.

The information contained in this publication is to the best of our knowledge, true and accurate, but any recommendations or suggestions that may be made are without guarantee, since the conditions of use are beyond our control. Furthermore, nothing contained herein shall be construed as a recommendation to use any product in conflict with existing patents covering any material or its use.

192

192

triacetoxyborohydride (1.64 g, 7.7 mmol) and acetic acid (0.44 mL, 7.7 mmol). The reaction is stirred at room temperature for 18 hours. After diluting with dichloromethane the mixture is washed with aqueous NaOH (50 mL, 1M) followed by brine. Removal of the solvent and chromatography (silica, ethyl acetate / hexane, 2:1) affords an oil.

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ppm: 1.70 (m, 4H), 2.65 (m, 4H), 2.68 (dd, 2H), 3.05 (dd, 2H), 3.58 (m, 1H), 3.78 (s, 2H), 6.83 (s, 2H), 7.25 (m, 5H).

#### Intermediate 23 - 2-Methyl-indan-2-ylamine

##### **2-Amino-2-methyl-indan-1-one**

According to the procedure of Farnum *et.al* (*Synthesis* 1972, 191-192.), water (1.35 L) is stirred at 80°C and de-gassed by periodic evacuating and flushing with nitrogen (3 x). K<sub>3</sub>FeCN<sub>6</sub> (202 g, 615 mmol) and 2-methyl-indan-1-one (20 g, 137 mmol) are added. The mixture is stirred rapidly under nitrogen at 80°C while aqueous concentrated ammonia solution (105 mL) is added over 30 minutes. Stirring is continued at 80°C for 20 hours. When cool, the solution is made alkaline by addition of sodium hydroxide (2 g) and extracted with ethyl acetate (2 x 200 mL). The organic extract is concentrated to a volume of 200 ml and the product is extracted into aqueous HCl (200 mL, 1M). The acidic aqueous phase is separated, basified with sodium hydroxide, and extracted with ethyl acetate (2 x 100 mL). The organic layer is separated, dried (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) and the solvent removed to give an orange oil.

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ppm: 1.38 (s, 3H), 1.8 (br. s, 2H), 3.07 (d, 1H), 3.25 (d, 1H), 3.45 (m, 2H), 7.65 (t, 1H), 7.80 (d, 1H).

##### **2,2,2-Trifluoro-N-(2-methyl-1-oxo-indan-2-yl)-acetamide**

2-Amino-2-methyl-indan-1-one (16.4 g) in THF (100 mL) is cooled to 0°C under nitrogen. Triethylamine (21 ml) is added followed by slow addition of trifluoroacetic anhydride (18.5 ml). The reaction is stirred at room temperature overnight then the solvents are removed. The residue is dissolved in dichloromethane and washed with aqueous HCl followed by aqueous NaOH. The organic extract is dried (MgSO<sub>4</sub>) and the solvent is removed. The product is purified by chromatography (silica, ethyl acetate) to give a cream solid.

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ppm: 1.52 (s, 3H), 3.44 (d, 1H), 3.55 (d, 1H), 7.05 (br.s, 1H), 7.43 (m, 2H), 7.70 (t, 1H), 7.87 (d, 1H).

##### **2,2,2-Trifluoro-N-(2-methyl-indan-2-yl)-acetamide**

## HLB numbers, solvent miscibility and emulsification characteristics of NEODOL™ ethoxylates

### HLB Numbers

The applicability of an emulsifier to an emulsion system depends on its solubilising capacity, which is predicted by its hydrophilic-lipophile balance (HLB). The HLB number is defined in Table 1. It expresses the basic principle that the emulsifying efficiency of an emulsifier is associated with the polarity of the molecule. The molecular construction of the polar hydrophilic head and the non-polar lipophilic tail is represented by an arbitrary scale in which the most soluble materials have low HLB values, while high HLB numbers correspond to increased water solubility. The HLB number is particularly useful for choosing surfactants and for varying proportions in the ethylene oxide content of the molecule.

Table 1  
HLB numbers and applications of NEODOL ethoxylates

| Product name | HLB number | Wetting agent | O/W emulsifier | Detergent | Solubiliser | W/O emulsifier |
|--------------|------------|---------------|----------------|-----------|-------------|----------------|
| N91-2.5      | 8.1        | X             |                |           |             | X              |
| N91-5        | 11.6       | X             | X              | X         | X           |                |
| N91-6        | 12.5       | X             | X              | X         | X           |                |
| N91-8        | 13.8       | X             | X              | X         | X           |                |
| N11-9        | 13.9       | X             | X              | X         | X           |                |
| N23-1        | 3.7        |               |                |           |             | X              |
| N23-2        | 6.5        |               |                |           |             | X              |
| N23-3        | 7.9        | X             | X              |           |             |                |
| N23-6.5      | 11.8       | X             | X              | X         | X           |                |
| N25-1.3      | 4.3        |               |                |           |             | X              |
| N25-2.5      | 7.1        | X             |                |           |             | X              |
| N25-3        | 7.5        | X             |                |           |             | X              |
| N25-5        | 10.3       | X             | X              | X         | X           |                |
| N25-7        | 12.2       | X             | X              | X         | X           |                |
| N25-9        | 13.2       | X             | X              | X         | X           |                |
| N25-12       | 14.4       | X             | X              | X         | X           |                |
| N45-4        | 8.9        | X             | X              |           |             |                |
| N45-7        | 11.6       | X             | X              | X         | X           |                |
| N135-7       | 12.0       | X             | X              | X         | X           |                |
| N135-9       | 13.1       | X             | X              | X         | X           |                |

Table 2

Water Dispersibility by HLB

| Type of dispersion                        | HLB Range |
|-------------------------------------------|-----------|
| No dispersion                             | 1-4       |
| Poor dispersion                           | 3-6       |
| Milly dispersion after vigorous agitation | 5-8       |
| Stable milky dispersion                   | 8-10      |
| Translucent to clear dispersion           | 10-12     |
| Clear solution                            | 13+       |

Table 3

HLB ranges & applications for alcohol ethoxylates

| HLB numbers | Range of Ethylene Oxide Content, %m/m | Applications   |
|-------------|---------------------------------------|----------------|
| 4-6         | 20-30                                 | W/O emulsifier |
| 7-15        | 35-75                                 | Wetting agent  |
| 8-18        | 40-90                                 | O/W emulsifier |
| 10-15       | 50-75                                 | Detergent      |
| 10-18       | 50-90                                 | Solubiliser    |

### Solvent miscibility of NEODOL ethoxylates

NEODOL alcohols and ethoxylates are miscible with many organic solvents. NEODOL 91 is the most soluble of the NEODOL alcohols and the NEODOL 9 ethoxylates exhibit miscibility with many solvents. NEODOL 45 ethoxylates exhibit miscibilities similar to NEODOL 25 ethoxylates with comparable ethylene oxide contents.

### Emulsification characteristics

An important application of ethoxylates is the emulsification of various solvents in water. Most emulsion systems are very complex and require a blend of ethoxylates of different HLB numbers to achieve maximum efficiency and stability of the emulsion.

NEODOL is a trademark of the Shell Group of Companies.



Shell Chemicals

Shell Chemical LP

PO Box 4407

Houston

Texas 77210

USA

Tel +1 866 897 4355

Internet <http://www.shell.com/chemicals>

Compounds of formula XVI may alternatively be prepared by epoxidation of a compound of formula

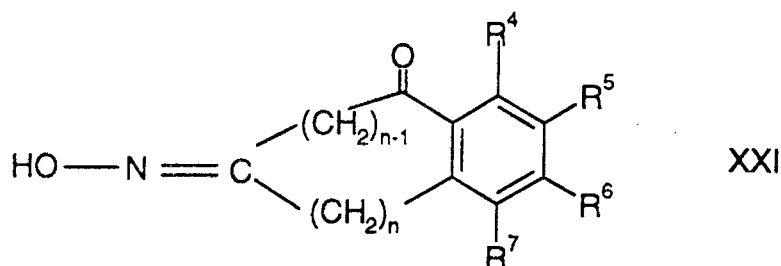


where  $\text{Ar}^1$  and  $\text{R}^2$  are as hereinbefore defined, using conventional procedures, such as those used in the Examples hereinafter.

Compounds of formula XX are known or may be prepared by methods analogous to those used for the preparation of known compounds, for example those used in the Examples hereinafter.

Compounds of formula XVII are known or may be prepared by methods analogous to those used for the preparation of the known compounds.  $\text{R}^{32}$  as an amine-protective group in formula XVII may be a known such group, for example as described in Protective Groups in Organic Synthesis, T.W.Greene, P.G.M. Wuts, John Wiley & Sons Inc, Second Edition, 1991, preferably benzyl or trifluoroacetyl.

For example, compounds of formula XVII, where  $\text{R}^3$  is hydrogen, may be prepared by reducing an oxime of formula



where  $\text{R}^4$ ,  $\text{R}^5$ ,  $\text{R}^6$ ,  $\text{R}^7$  and  $n$  are as hereinbefore defined. The reduction may be carried out by conventional methods for reducing oximes to amines. For example, the reduction may be carried out by catalytic hydrogenation, preferably using palladium on charcoal as the catalyst. The hydrogenation may be effected using known procedures, for example as described by R.D. Sindelar et al, J. Med. Chem. (1982), 25(7), 858-864. Oximes of formula XXI may be prepared as described by Sindelar et al, op.cit., or by analogous procedures.

Compounds of formula XVII where  $\text{R}^4$  and  $\text{R}^7$  are hydrogen can be prepared by reacting a compound of formula