

Señora Directora
DIRECCION DE NUEVAS CREACIONES
Superintendencia de Industria y Comercio
E. S. D.

Referencia: Expediente No. NC2019/0010154
Asunto: Solicitud de patente para: PROCEDIMIENTO DE RECUPERACIÓN ASISTIDA DE PETRÓLEO UTILIZANDO UN (CO) POLÍMERO DE UNA ESTRUCTURA CRISTALINA HIDRATADA DEL ÁCIDO 2-ACRILAMIDO-2-METILPROPANO SULFÓNICO
Solicitante: S.P.C.M. SA
Fecha de solicitud: 19 de septiembre de 2019

RESPUESTA AL TERCER EXAMEN DE PATENTABILIDAD

ANDRÉS RINCÓN USCÁTEGUI, identificado como aparece al pie de mi firma, en mi condición de apoderado de la sociedad solicitante de la patente de la referencia, doy respuesta al Oficio No. 5044, notificado 13 de abril de 2021.

I. ARTE PREVIO

El Examinador indica que el siguiente documento es relevante para la patentabilidad del Capítulo Reivindicatorio de la presente solicitud:

Tabla 1. Arte previo determinado por el Examinador respecto de la patentabilidad de la presente invención, con base en la fecha de prioridad de la presente solicitud: 20 de marzo de 2017.

No.	Documento	Título	Fecha de Publicación
D2	US4337215	Process for purifying 2-acrylamido-2-methylpropanesulfonic acid	29 de junio de 1982

II. EN CUANTO A LA SUPUESTA FALTA DE NIVEL INVENTIVO

El Examinador considera que la forma cristalina hidratada del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico (ATBS o AMPS) reclamada en la Reivindicación 1 carece de nivel inventivo a la luz de las enseñanzas del documento D2, en combinación con el

INNOVACIÓN PARA LOS NEGOCIOS

conocimiento general de la técnica divulgado en Caira 1999¹. De manera similar, el Examinador considera que el copolímero reclamado en la Reivindicación 9 que comprende dicha forma cristalina hidratada de ATBS, carece de nivel inventivo a la luz de los mismos documentos junto con el conocimiento divulgado en Al-Hashmi 2014².

Difiero respetuosamente de la opinión del Examinador y reitero que este ha hecho un análisis en retrospectiva y por tanto incorrecto de las enseñanzas del arte previo citado y del conocimiento general de la técnica, a través de la cual llega a la conclusión errónea de la supuesta falta de nivel inventivo de la presente solicitud.

Para empezar, me permito anexar al presente memorial la Declaración de Johann Kieffer, inventor de la presente solicitud de patente, en donde se explica que la purificación del cristal del ATBS por un método usual como el divulgado en D2, no resultaría en la forma cristalina hidratada reclamada en la Reivindicación 1. Llamo puntualmente la atención del Examinador sobre las siguientes declaraciones allí contenidas:

10. Declaro aquí que la purificación del cristal de AMPS por un método usual tal como el divulgado en D2 no lleva a obtener la forma cristalina hidratada.

11. Declaro que no es posible anticipar la existencia de la forma cristalina hidratada: esta forma cristalina es nueva, y no hay conocimiento previo que lleve a considerar que pueda existir, a excepción de presuponer que puede existir.

12. Declaro que no por que la persona medianamente versada en la materia sepa que probablemente existen aun formas cristalinas desconocidas, sería obvio para el/ella encontrarlas e identificarlas.

13. Declaro que incluso si admitimos que la persona versada en la materia pudiera considerar, luego de leer Caira 1999 o cualquier otro libro de referencia sobre compuestos cristalinos en química orgánica, que pudiera haber una nueva forma

¹ Caira M.R. (1998) Crystalline Polymorphism of Organic Compounds. In: Weber E. et al. (eds) Design of Organic Solids. Topics in Current Chemistry, vol 198. Springer, Berlin, Heidelberg. https://doi.org/10.1007/3-540-69178-2_5

² Al Hashmi, Abdul Aziz & Al-Maamari, Rashid & Al-shabibi, Ibtisam & Kamil, Ahmed & Al-Sharji, Hamed & Zaitoun, Alain. (2014). Mechanical Stability of High-Molecular-Weight Polyacrylamides and an (acrylamido tert-butyl sulfonic acid)-Acrylamide Copolymer Used in Enhanced Oil Recovery. Journal of Applied Polymer Science. 131. 10.1002/app.40921.

cristalina de ATBS (lo cual no era obvio), nada podría de manera obvia permitirle encontrar a el/ella dicha forma cristalina hidratada.

De acuerdo con lo anterior, es claro que no es posible anticipar la existencia de la forma cristalina hidratada del ATBS reclamada en la presente invención a partir del arte previo citado, ni tampoco obtenerla. Afirmar que una persona medianamente versada en la materia estaría motivada a obtener dicha forma cristalina hidratada sería presuponer la existencia de la misma, lo cual correspondería a un análisis en retrospectiva o análisis *hindsight*, dado que parte del conocimiento ofrecido por la invención reclamada.

Con respecto a D2, el Examinador considera que la nueva forma cristalina hidratada de ATBS reclamada se obtiene sistemáticamente luego de recristalización. Sin embargo, es conocido que la recristalización de un compuesto permite obtener un producto con una menor cantidad de impurezas, mas no necesariamente un producto que resulte en la forma monohidratada deseada. Por tanto, el Examinador se encuentra claramente malinterpretando las enseñanzas de D2 tal y como se afirma en el punto 10 de la Declaración adjunta.

De hecho, uno de los objetivos de D2 consiste en aumentar el rendimiento de cristales obtenidos durante la recristalización. Esto se evidencia puntualmente en la Columna 3, líneas 44-46, Columna 4, líneas 23-27, Columna 5, líneas 2-4, en donde se compara el rendimiento de cristales de AMPS contra otros métodos de recristalización en los que se varía, por ejemplo, el solvente, la temperatura, etc. En consecuencia, una persona medianamente versada en la materia al leer D2 estaría realmente interesada en procesos de recristalización para obtener un producto con menores impurezas.

El Solicitante además desea informar al Examinador que existen solamente dos formas cristalinas de ATBS: la forma en aguja y la forma monohidratada reclamada (Ver Figura 1 del presente memorial a continuación):

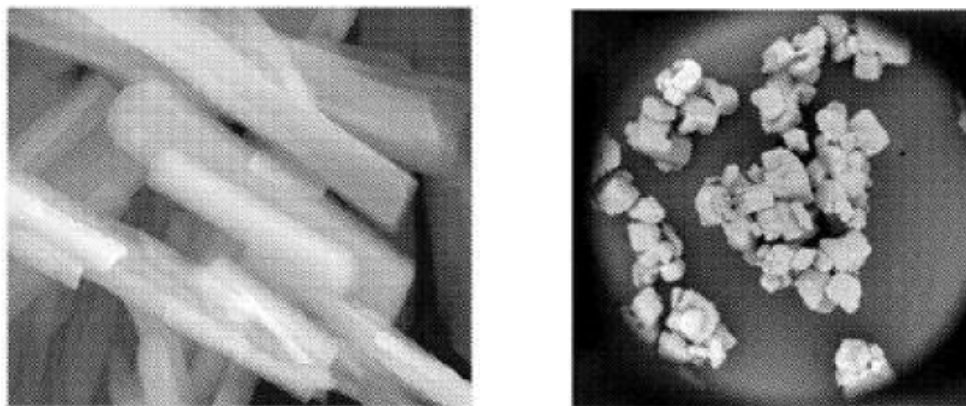


Figura 1. Izquierda: forma cristalina del ATBS en agua; Derecha: forma cristlaina del ATBS monohidratado.

D2 no menciona ni siquiera la forma común de aguja, de forma que nada hubiese llevado a una persona medianamente versada en la materia a específicamente buscar obtener otra forma cristalina como la forma monohidratada, sobre, por ejemplo, la forma de aguja ya conocida.

Respecto al efecto técnico, la forma monohidratada de ATBS aquí reclamada presenta propiedades mejoradas sobre la forma de aguja (común), las cuales no podrían ser anticipadas por el arte previo. Específicamente, el Solicitante desea enfatizar en una propiedad: la energía mínima de ignición, sobre la cual el Capítulo Descriptivo divulga en la Página 10, líneas 6-9, que:

“La estructura cristalina hidratada del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico presenta una energía mínima de ignición superior a 400 mJ, preferentemente superior a 500 mJ (1 mJ = 10⁻³ julios).”

Adicionalmente, el Solicitante aporta la siguiente información experimental en la cual se compara la energía mínima de ignición entre la forma cristalina en aguja (forma común) y la forma hidratada reclamada. Esta información experimental corresponde al Ejemplo 8 de la solicitud francesa de la prioridad. A manera de soporte, adjunto al presente memorial la traducción al español de dicho Ejemplo 8 tal y como se presenta en la solicitud equivalente mexicana MX 2019011147, de la familia de patente paralela que se enfoca en el monómero de ATBS aquí reclamado.

Medición de la energía de ignición mínima (MIE)

La energía de ignición mínima fue medida de acuerdo al estándar NF EN 13821. El explosímetro fue un tubo vertical Hartmann. El sistema de dispersión de polvo fue un sistema de hongo. La inducción total fue menor de 25 microhenry. El voltaje de descarga estuvo comprendido entre 5 kV y 15 kV. Los electrodos fueron hechos de latón y separados al menos 6 mm. Fueron probadas diferentes energías y masa dispersa y se resumen en las siguientes tablas.

Tabla 2. Determinación de la MIE de la forma de ATBS en aguja.

Energía (mJ)	Masa de sólido disperso (g)	Número de dispersiones	¿Ignición? Sí (Y) No (N)	Llama	Presión
1000	0.5	2	Y	Pequeña	Pequeña
500	0.5	3	Y	Promedio	Promedio
300	0.5	3	Y	Promedio	Promedio
100	0.5	20	N		
200	0.5	20	N		
200	1	20	N		
200	2	20	N		
200	3	7	Y	Promedio	Pequeña
100	3	20	N		
100	5	20	N		
100	7	20	N		
100	10	20	N		
100	1	20	N		
100	2	20	N		

Tabla 3. Determinación de la MIE de la forma de ATBS hidratada.

Energía (mJ)	Masa de sólido disperso (g)	Número de dispersiones	¿Ignición? Sí (Y) No (N)	Llama	Presión
1000	0.5	20	N		
1000	1	20	N		
1000	2	20	N		
1000	3	20	N		
1000	5	20	N		
1000	7	20	N		
1000	10	20	N		
1000	15	13	Y	Pequeña	Promedio
500	15	20	N		
500	20	20	N		
500	10	20	N		
500	7	20	N		
500	5	20	N		
500	3	20	N		
500	2	20	N		
500	1	20	N		
500	0.5	20	N		

La comparación de los datos tabulados en la Tabla 2 y 3, demuestra claramente que la forma cristalina hidratada presenta un riesgo de explosión sustancialmente menor que la forma en forma de aguja.

Por tanto, la forma cristalina hidratada nueva presenta en sí misma propiedades mejoradas con respecto a otras formas cristalinas, que no hubieran sido posible predecir para una persona medianamente versada en la materia.

Ahora, con respecto al (co)polímero hidrosoluble preparado a partir de la forma cristalina hidratada del ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico (ATBS), este presenta puntualmente las siguientes ventajas técnicas:

i) Resistencia mejorada a la degradación química y a la degradación térmica en comparación con (co)polímeros de peso molecular equivalente, elaborados a partir de ATBS convencional que no se tienen una estructura cristalina hidratada (Página 27, líneas 9-14, y Página 32, líneas 4-13).

En el Ejemplo 8 (Página 45, líneas 8-25) se realizan pruebas de resistencia a la degradación química en condiciones aeróbicas en presencia de Hierro (II) sobre polímeros P3 (de acuerdo con la presente invención) y P'3 (comparativo). Allí se observa que, para cada concentración de Hierro (II), la pérdida en la viscosidad es menor para los polímeros P3 que para los polímeros P'3.

En el Ejemplo 13 (Página 50, línea 19 a Página 51, línea 12), se realizan ensayos de resistencia a la degradación química en condiciones aeróbicas en presencia de Hierro (II) sobre polímeros P6 (de acuerdo con la invención y polímeros P'6 (comparativo). Se observa que para cada concentración de Hierro (II), la pérdida de viscosidad es menor para los polímeros P6 que para los polímeros P'6.

ii) Filterabilidad mejorada relativa a (co)polímeros con peso molecular equivalente, elaborados a partir de la forma convencional de ATBS que no se encuentra en la forma cristalina hidratada. Adicionalmente, la presente invención permite preparar (co)polímeros que tienen un alto peso molecular, pero que mantienen buenas propiedades de filterabilidad (Página 32, líneas 13-21).

En el Ejemplo 7 (Página 43 y 44) se muestra que, a pesos moleculares equivalentes, los polímeros preparados a partir de la forma cristalina hidratada de ATBS (P1-P3 de acuerdo con la presente invención) siempre presentan un Cociente de Filtración menor que aquellos de los polímeros preparados de la forma convencional no cristalina del ATBS (P'1-P'3 comparativos).

En el Ejemplo 12 (Página 48, línea 15 a Página 50, línea 14) se muestra que, a pesos moleculares equivalentes, los polímeros preparados a partir de la forma cristalina hidratada de ATBS (P5-P7 de acuerdo con la presente invención) tienen siempre un Cociente de Filtración menor que aquellos de los polímeros preparados de la forma convencional no cristalina de ATBS (P'5-P'6 comparativos).

En el Ejemplo 16 (Página 53, línea 15 a Página 54) se muestra que, a pesar de tener un alto peso molecular, el (co)polímero preparado de la forma cristalina hidratada de ATBS (P8) presenta un Cociente de Filtración equivalente a aquel del (co)polímero elaborado a partir de la forma convencional no cristalina de ATBS (P'8).

iii) La concentración de polímero necesaria para alcanzar una viscosidad de fluido de inyección específica se ve reducida, lo que mejora las condiciones económicas de la recuperación del hidrocarburo y/o del gas contenido en la formación subterránea (Página 32, líneas 21-25).

Estas propiedades mejoradas puestas en evidencia en el presente memorial (filterabilidad mejorada, y resistencia química y térmica mejorada), afectan el proceso de recuperación asistida de petróleo, las cuales no eran predecibles a partir del arte previo citado.

En particular, obtener una resistencia a la degradación química es beneficioso para la recuperación asistida de petróleo, dado que la degradación química conduce a una ruptura de cadena del polímero (disminución del peso molecular) en virtud de un ataque radicalario, provocando una disminución de la viscosidad y, en consecuencia, una pérdida de la eficiencia del barrido del petróleo por la solución acuosa del polímero inyectado en el reservorio. Así mismo, una resistencia a la degradación térmica permite evitar la tasa de hidrólisis por conversión de unidades de acrilamida o ATBS del polímero en acrilatos, evitando la pérdida de eficiencia por disminución en la viscosidad (Página 5, líneas 1-10).

Adicionalmente, los polímeros utilizados deben poseer una buena filterabilidad, dado que aquellos que presentan una filterabilidad deficiente tienden a obstruir la formación y a lentificar, e incluso a inhibir, la producción de petróleo (Página 4, líneas 13-17).

Por tanto, aún si el Solicitante no proporciona datos de eficiencia de recuperación de petróleo (y no debería), es claro que el hecho de que el (co)polímero de acuerdo con la presente invención exhiba una mejoría en las propiedades de filterabilidad y estabilidad térmica y química en comparación con su equivalente amorfo, resultaría en una eficiencia mayor en dicho proceso.

En vista de lo anterior, considero que formular el problema técnico objetivo como la simple obtención de un (co)polímero con “*propiedades mejoradas*” es muy vago e ignora toda la información experimental aportada en el Capítulo Descriptivo. Formular el problema técnico de manera tan genérica abriría espacio a la búsqueda de mejorar cualquier propiedad del (co)polímero sin que esta esté relacionada con el campo técnico de la invención, es decir, con (co)polímeros útiles en la recuperación asistida de petróleo. Adicionalmente, un problema técnico tan amplio permitiría que cualquier documento que se refiera a formas cristalinas, pudiera ser citado como documento que anticipa una mejoría en cualquier propiedad del compuesto en cuestión, tal como ocurre en el presente caso.

Por tanto, el efecto técnico objetivo que pretende resolver la presente invención debería formularse como la obtención de una forma cristalina de ATBS que presente una energía mínima de ignición reducida, y cuyo (co)polímero elaborado a partir del mismo, presente una mayor resistencia a la degradación térmica, degradación química y filterabilidad.

En cuanto al documento citado por el Examinador como pie de página, el cual supuestamente representa el conocimiento común en el área de la técnica (Caira 1999), este corresponde a un capítulo de un libro que resume consideraciones termodinámicas, cinéticas y estructurales del polimorfismo y presenta una variedad de técnicas apropiadas para su estudio. Sin embargo, dicho documento no divulga o incluso sugiere como obtener la forma cristalina hidratada específica reclamada en la presente invención o sus efectos técnicos inesperados. De hecho, el documento citado por el Examinador no divulga como obtener ningún tipo específico de polimorfo o forma cristalina, sino consideraciones generales acerca del polimorfismo.

De hecho, Caira 1999 en la Página 165, último párrafo, se refiere a los polimorfos como un problema al cual se debe prestar atención. Allí se describe a las transformaciones polimórficas como un cambio indeseado en un proceso de manufactura:

“Manufacturing processes including crystallization scale-up, drying, heating, compression and milling can induce polymorphic transformations [24] and it follows that careful quality control is necessary at all stages to monitor undesirable changes.” (énfasis adicionado).

De igual forma, el primer párrafo de la Página 164 resalta la dificultad en reproducir preparaciones polimórficas:

“Balanced against this flexibility, however, are the considerable practical difficulties that can arise, both in ensuring reproducible preparation of a specific polymorph and, during the lifetime of its application, preventing its spontaneous transformation to an undesirable form.”

Por tanto, una persona medianamente versada en la materia al leer Caira 1999, estaría desmotivada a buscar formas polimórficas del ATBS. Dicha persona de hecho estaría más inclinada a evitarlas. En otras palabras, dicha persona medianamente versada en la materia no estaría motivada a preparar un compuesto que tenga una estructura cristalina nueva y diferente.

Ahora bien, con respecto al documento Al Ashmi 2014 citado por el Examinador como pie de página, este corresponde a un artículo científico que discute la estabilidad mecánica de polímeros de acrilamida y ATBS, para uso en la recuperación asistida de petróleo. Al Ashmi ensaya 4 polímeros que corresponden a poliacrilamidas no iónicas (NPAM06 y NPAM18), poliacrilamida sulfonada ATBS (SPAM08) y un microgel a base de poliacrilamida (M2ES). Supuestamente, dicho documento indica que la degradación mecánica de un polímero depende de su estructura química y en el peso molecular del monómero.

Es cierto que los autores de dicho arte previo afirman que la mayor estabilidad mecánica de los polímeros se obtiene del incremento de la rigidez del polímero. Sin embargo, cabe resaltar que el polímero preferido corresponde al microgel del polímero aniónico basado en acrilamida y acrilato, debido a su estabilidad mecánica “excepcional” (Ver páginas 5 y 6). Si bien se hace referencia a la estabilidad mecánica satisfactoria del copolímero de

ATBS en la Página 4, segundo párrafo de la columna de la izquierda, este no corresponde al compuesto preferido. Por tanto, el documento Al Ashmi 2014 no contiene ninguna información adicional que requiera ser discutida con respecto a la respuesta a la Acción Oficial pendiente.

Finalmente, quisiera llamar la atención del Examinador con respecto a los lineamientos establecidos en la Guía Para Examen De Solicitudes De Patente De Invención Y Modelo De Utilidad (Guía de la SIC)³, para determinar el nivel inventivo de polimorfos, el cual indica lo siguiente:

“(...) si gracias a su estructura cristalina, el polimorfo reivindicado soluciona de manera inesperada el problema técnico objetivo, por ejemplo porque presenta una eficacia farmacéutica superior a la de sus pares amorfos o a las de otros cristales, el polimorfo se considerará inventivo.” (énfasis adicionado)

En el presente caso, se ha demostrado que no sería posible anticipar a partir del arte previo citado la existencia de la forma cristalina hidratada reclamada en la presente invención. Mucho menos, sería posible predecir los efectos técnicos asociados a dicha forma cristalina con respecto al menor riesgo de ignición, ni tampoco respecto a la filterabilidad y degradabilidad térmica y química mejorada de un (co)polímero obtenido a partir de dicha forma cristalina hidratada, sobre sus contrapartes amorfas. Es por tanto evidente que la forma cristalina hidratada reclamada cumple con lo establecido en la Guía de la SIC para polimorfos inventivos.

La persona medianamente versada en la materia no hubiera encontrado motivación alguna en D2 para obtener una forma cristalina hidratada como la reclamada en la Reivindicación 1 de la presente invención o sus ventajas relacionadas con la obtención de (co)polímeros con propiedades mejoradas para llevar a cabo un procedimiento asistido de recuperación de petróleo.

Cualquier otra conclusión que llegara a la presente invención debería ser considerada como un análisis en retrospectiva (o “*hindsight*”), especialmente porque ninguno de los documentos citados divulga una forma cristalina hidratada del AMPS con las características y ventajas de la reclamada en la presente invención. Así, la simple

³ Superintendencia de Industria y Comercio, Guía para Examen de Solicitudes de Patente de Invención y Modelo de Utilidad (Bogotá, Colombia, 2014). Sección 3.4.7

posibilidad de que una forma cristalina pueda existir no llevaría de ninguna manera a una persona medianamente versada en la materia a realizar la investigación y ensayos necesarios para asilarla y obtener evidencia de sus efectos mejorados.

III. CONCESIÓN DE SOLICITUDES EQUIVALENTES

Quisiera resaltar que el mérito investigativo de la presente invención ha sido reconocido por otras oficinas de patentes del mundo, las cuales han otorgado patentes para invenciones equivalentes. Tal es el caso de la Oficinas de Patente de Estados Unidos y Europa, las cuales han reconocido la patentabilidad de las respectivas solicitudes equivalentes US 16/496,031 y EP 3601219.

Si bien reconozco que cada país es autónomo de conceder o negar una solicitud luego de la realización del estudio de fondo, es claro que el hecho de que la novedad y el nivel inventivo de una invención hayan sido reconocidos por varias oficinas a nivel mundial, es un indicio de la patentabilidad de la misma.

IV. PETICIÓN

Considerando que se ha dado respuesta a todas las objeciones formuladas por la Dirección de Nuevas Creaciones, solicito proceder al otorgamiento de la solicitud de patente.

V. ANEXOS

1. Declaración del inventor Johann Kieffer.
2. Ejemplo 8 de la solicitud equivalente mexicana MX 2019011147, perteneciente a familia paralela de la prioridad francesa.

Señora Directora,

ANDRÉS RINCÓN USCÁTEGUI

C.C. 79.780.910 de Bogotá

T.P. 114.908