

Doctora

EDNA MARCELA RAMIREZ OROZCO

Directora de Nuevas Creaciones Superintendencia de Industria y Comercio

Bogotá D.C - Colombia

Asunto:	Respuesta a examen de fondo oficio N° 13807
Solicitante:	Universidad del Quindío
Título de la invención:	Película de aislamiento eléctrico basada en óxidos de cobre para recubrimientos de cobre y su proceso de obtención
Expediente número:	NC2019/0005187

Cordial saludo

De forma atenta y respetuosa, a continuación se presentan los argumentos técnicos frente a los requerimientos realizados por el Examinador en oficio No.13807 del 30 de agosto de 2021 respecto a los requisitos de patentabilidad de la tecnología y al capítulo reivindicatorio:

I. AJUSTES AL CAPÍTULO REVINDICATORIO Y DESCRIPTIVO

De conformidad con lo planteado por el Examinador, nos permitimos indicar las reivindicaciones que serán ajustadas en la solicitud:

Reivindicación 1: se elimina del literal b la palabra “de” que se encontraba previo a la expresión “materia prima”:

1. Un proceso de fabricación de una película de óxidos de cobre para hacer crecer sobre una superficie de cobre, el cual comprende las siguientes 5 etapas:

- a. Proporcionar una materia prima de cobre;
- b. Someter a pulido mecánico la materia prima de cobre mediante pulido mecánico con abrasivos;
- c. Lavar la superficie obtenida del paso b) anterior, con jabón industrial;
- d. Lavar con isopropanol (IPA) y con ultrasonido;
- e. Someter la superficie obtenida de los pasos anteriores a una oxidación térmica a través de un horno con una tasa de calentamiento, que comprende las siguientes sub-etapas:
 - (a1) incrementar la temperatura a una tasa entre 10°C/min a 20 °C/min, partiendo desde la temperatura ambiente en un rango de 18°C - 28°C hasta alcanzar una temperatura entre 250°C y 300°C, y
 - (a2) incrementar la temperatura a una tasa de aumento de temperatura entre 0.5°C/min y 4°C/min, hasta alcanzar una temperatura final entre 320°C y 340°C, en donde el tiempo de oxidación térmica se encuentra entre 40 minutos y 60 minutos;
- f. Enfriar el material con la película ya formada hasta 50°C en condiciones normales de presión de 101325 Pa (1 atm) y en un tiempo de desde 100 minutos hasta 150 minutos.

Reivindicación 10: se realizó la dependencia explícita de la película con el proceso y se eliminó el uso de la misma de la reivindicación.

El proceso de fabricación de una película de óxidos de cobre para hacer crecer sobre una superficie de cobre de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la película derivada de la etapa f) tiene una única fase de Cu_2O , un espesor entre 0.5 μm hasta 1.5 μm y una resistencia eléctrica entre 100K Ω y 500M Ω .

II. DETERMINACIÓN DEL ESTADO DE LA TÉCNICA

Según establece el examinador en el punto 4.1 del requerimiento:

“De acuerdo con la tabla anterior, las características esenciales del producto de la reivindicación 10 habrían sido divulgadas previamente en D2, que se refiere a películas de óxido de cobre de distintos espesores y su caracterización por distintas técnicas (Resumen, Pág.12, 15, 4), por lo tanto, la materia reivindicada no es nueva”.

No obstante, la materia reivindicada se considera novedosa, teniendo en cuenta los argumentos que a continuación se expondrán y las características técnicas del proceso y la película derivada del mismo.

En D2 se reporta la deposición de películas de cobre sobre sustratos de silicio con diferentes espesores de la película, la posterior oxidación de esas películas a diferentes temperaturas y la caracterización eléctrica y estructural de las mismas. En la figura 1 del artículo D2 se reporta el comportamiento de la resistencia eléctrica como función de la temperatura para las películas de óxidos de cobre, encontrándose valores de resistencias muy pequeñas (del orden de los Ω), lo que demuestra que las fases crecidas en D2 son semiconductoras. Para el caso de las películas crecidas mediante el proceso descrito en la reivindicación 1, los valores de las resistencias que se miden son del orden de los M Ω , lo que caracteriza a estas películas como aislantes, ver figuras 11 y 12 del documento de la solicitud de patente. Por lo tanto, las películas obtenidas según el proceso descrito en la reivindicación 1 son eléctricamente diferentes a las películas reportadas en D2.

Por otra parte, el examinador también indica en el requerimiento que:

“En este punto se destaca que la resistencia eléctrica es un parámetro que no es considerado una característica técnica esencial y en caso de ser medido en D2, se esperaría que se obtengan los mismos valores”.

Se hace claridad de que en este caso la resistencia eléctrica si es un parámetro esencial, teniendo en cuenta que se trata de una propiedad física fundamental que diferencia esta fase de óxido de otras fases de óxido y además es una característica esencial en cuanto a su potencial aplicabilidad tecnológica.

La importancia de la resistencia eléctrica queda implícita al haberse incluido en el título en donde se menciona que la película es aislante “Película de aislamiento eléctrico basada en óxidos de cobre para recubrimientos de cobre y su proceso de obtención”

En conclusión, el proceso descrito en D2 conduce a la formación de películas semiconductoras, mientras que el proceso descrito en la reivindicación 1 conduce a la formación de una película eléctricamente aislante.

Así mismo el proceso para obtener las películas de óxidos reportadas en D2 es diferente del proceso descrito en la reivindicación 1. Si bien ambos procesos utilizan el método de oxidación térmica, en el proceso descrito en D2 se usan sustratos de silicio sobre los cuales se depositan las películas de cobre y posteriormente se realiza la oxidación del cobre depositado. Este método requiere del uso de reactivos de alta pureza y de costosas tecnologías de deposición. En el proceso descrito en la reivindicación 1, el crecimiento de los óxidos de cobre se realiza directamente sobre láminas de cobre comercial, con lo cual se logra obtener películas de óxidos sin el requerimiento de reactivos de alta pureza ni costosas técnicas de deposición. Por lo tanto, el proceso descrito en las reivindicaciones es novedoso.

El hecho de encontrar los parámetros y condiciones experimentales reflejados en el proceso descrito en la reivindicación 1 para obtener una única fase de óxido con características eléctricas de aislante, conlleva a que sea un proceso novedoso, teniendo en cuenta que en el proceso de oxidación por el método de oxidación térmica se pueden obtener múltiples fases de óxidos con características físicas diferentes.

III. EXÁMEN DE PATENTABILIDAD - NIVEL INVENTIVO

A continuación se expone el cuadro relacionado por el examinador de la Superintendencia de Industria y Comercio, con el objetivo de identificar las características y efectos técnicos que diferencian la invención solicitada de los documentos D1 y D2:

Características Esenciales	D1	D2	Justificación del nivel inventivo
Un proceso de fabricación de una película de óxidos de cobre para hacer crecer sobre una superficie de cobre, el cual comprende las siguientes etapas:	Método para el crecimiento térmico de películas de óxidos de cobre: (Resumen, Pág. 2)	Método para depositar películas delgadas de cobre de varios espesores a temperatura ambiente sobre sustratos de vidrio y silicio: (Pág. 4)	Proceso para obtener una película de óxido aislante caracterizada por la presencia de una sola fase de óxido Cu ₂ O
a. Proporcionar una materia prima de cobre...comercial de una pureza 98%	Proporcionar una materia prima de cobre (Pág. 2)	Proporcionar un sustrato de vidrio y silicio (Pág. 4)	Como se describe en la descripción detallada de la invención, numeral 23, literal a, la materia prima de cobre utilizada es cobre comercial con una pureza entre el 99.0% y 99.5% y con unas impurezas del 0.0001 hasta el 0.5%, en donde las impurezas pueden ser Zinc (Zn); antimonio (Sb) y Silicio (Si), entre otros. En D2 la deposición de películas usando la técnica de evaporación debe realizarse con cobre de alta pureza. En D1 no se

Características Esenciales	D1	D2	Justificación del nivel inventivo
			reporta la pureza del material usado. Según lo reportado en la literatura la pureza del material precursor de cobre es un parámetro esencial para la formación de las fases de óxidos por el método de oxidación térmica. por lo tanto, los resultados que se obtienen son diferentes a los resultados en D1 y D2.El uso de este precursor con baja pureza favorece el proceso para la formación de una única fase aislante como se describe en las reivindicaciones
b. Someter a pulido mecánico de la materia prima de cobre mediante pulido mecánico con abrasivos;	Los sustratos de cobre se pulieron con acabado de espejo utilizando pasta comercial. (Pág. 2)	Preparación de los sustratos: Todos los sustratos se limpiaron ultrasónicamente con acetona, isopropanol y metanol durante aproximadamente 15 minutos y luego se secaron con gas nitrógeno puro. (Pág. 4)	El proceso de pulido y limpieza requerido en D1 es más riguroso que el requerido en el proceso descrito en las reivindicaciones, puesto que en nuestro caso no se requiere de costosos y contaminantes insumos químicos ni de sofisticadas técnicas de pulido. Por ejemplo, en nuestro proceso no se usa xileno ni se realiza pulido tipo espejo. En D2 no se realiza pulido mecánico, se efectúa un proceso de limpieza del sustrato de silicio para posteriormente realizar la deposición de Cobre y luego la oxidación obteniendo varias fases de óxidos de cobre.
e. Someter la superficie obtenida de los pasos anteriores a una oxidación térmica a través de un horno con una tasa de calentamiento, que comprende las siguientes sub-etapas:	Someter la superficie a oxidación térmica:	Someter la superficie a oxidación térmica:	El proceso para obtener las películas de óxidos reportadas en D2 es diferente del proceso descrito en la reivindicación 1. Si bien ambos procesos utilizan el método de oxidación térmica, en el proceso descrito en D2 se usan sustratos de silicio sobre los cuales se depositan las películas de cobre y posteriormente se realiza la oxidación del cobre depositado. Este método requiere del uso de reactivos de alta pureza y de costosas tecnologías de deposición. En el proceso descrito en la reivindicación 1, el crecimiento de los óxidos de cobre se realiza directamente sobre láminas de cobre comercial, con lo cual se logra obtener películas de óxidos sin el requerimiento de reactivos de alta pureza ni costosas técnicas de deposición. Aunque los dos

Características Esenciales	D1	D2	Justificación del nivel inventivo
			métodos D1 y el método descrito en el documento de solicitud de patente son similares por cuanto ambos se basan en la oxidación térmica, las rampas de temperatura utilizadas en el documento de solicitud de patente garantizan que se obtiene una única fase de óxido y adicionalmente esta fase es aislante, mientras que utilizando el método descrito en D1, se obtiene una mezcla de las fases CuO y Cu ₂ O, la cual es una fase semiconductora
(a1) incrementar la temperatura a una tasa entre 10°C/min a 15 °C/min, partiendo desde la temperatura ambiente en un rango de 18°C - 28°C hasta alcanzar una temperatura entre 250°C y 300°C, y (a2) incrementar la temperatura a una tasa de aumento de temperatura entre 0.5°C/min y 4°C/min, hasta alcanzar una temperatura final entre 320°C y 340°C, en donde el tiempo de oxidación térmica se encuentra entre 40 minutos y 60 minutos;	Las películas de óxido se obtuvieron mediante calentamiento directo en aire atmosférico a 353,15, 423,15, 573,15, 673,15 y 773,15 K (80, 150, 300, 400 ° y 500 ° C). Dependiendo de la temperatura de oxidación, los tiempos cambiaron de 5 a 40 min. (Pág. 2)	A continuación, las películas de cobre recién desarrolladas se oxidaron térmicamente a diversas temperaturas durante diferentes duraciones. Las temperaturas de oxidación se variaron en un amplio rango desde temperatura ambiente (TA) hasta 450 °C de una manera controlada con precisión (Pág. 4)	En el proceso descrito en la reivindicación 1, la temperatura del cobre es inicialmente llevada a una razón de calentamiento entre 10°C/min a 15 °C/min, desde la temperatura ambiente en un rango de 18°C - 28°C hasta un valor entre 250 y 300 °C según la reivindicación 3, con lo cual se logra una preoxidación con la presencia de una fase semiconductora. Posteriormente se incrementa la temperatura a una tasa de aumento de temperatura entre 0.5°C/min y 4°C/min, hasta alcanzar una temperatura final entre 320°C y 340°C, en donde el tiempo de oxidación térmica se encuentra entre 40 minutos y 60 minutos, según la reivindicación 4. Siguiendo el procedimiento anterior se obtiene una película de una sola fase de óxido aislante, Cu₂O. De esta manera, durante el proceso de formación del óxido, no se permite la formación del óxido cúprico, solo se forma Cu₂O como se evidencia en el estudio de DRX, figura 4 del documento de solicitud de patente, además se logra obtener una única fase de óxido aislante, como se evidencia en las figuras, 11 y 12 del documento de solicitud de patente. En resumen, el proceso descrito en la reivindicación 1 difiere en relación D1 y D2, porque incorpora un proceso preoxidación según las reivindicaciones 3 y 4, la cual

Características Esenciales	D1	D2	Justificación del nivel inventivo
			conlleva a la formación de una única fase de Cu_2O , la cual es aislante.
f. Enfriar el material con la película ya formada hasta 50°C en condiciones normales de presión de 101325 Pa (1 atm) y en un tiempo de desde 100 minutos hasta 150 minutos.	Enfriar el material --- (Pág. 2)	Se prefirió una velocidad de enfriamiento lenta de $<10^\circ\text{C}/\text{min}$ para minimizar el posible estrés térmico y mejorar la calidad cristalina de las películas de óxido. (Pág. 4)	En nuestro caso se realiza el enfriamiento a una tasa superlenta de $<2^\circ\text{C}/\text{min}$

Así mismo, se profundizan las diferencias técnicas mediante los siguientes argumentos:

- “D1 se considera el estado de la técnica más cercano a la invención definida en la reivindicación 1 porque divulga un método para el crecimiento térmico de películas de óxidos de cobre en donde los sustratos de cobre se pulieron con acabado de espejo utilizando pasta comercial. Posteriormente, se limpiaron mediante limpieza ultrasónica con xileno, acetona y agua desionizada”.

Hacemos notar que el proceso de pulido y limpieza requerido en D1 es más riguroso que el requerido en el proceso descrito en las reivindicaciones, puesto que en nuestro caso no se requiere de costosos y contaminantes insumos químicos ni de sofisticadas técnicas de pulido. Por ejemplo, en nuestro proceso no se usa xileno ni se realiza pulido tipo espejo.

- Además, se menciona que: “No se evidencia un efecto asociado a incluir etapas de oxidación térmica y enfriado con rampas de temperatura y tiempos específicos”.

Al respecto se aclara que, sí se evidencian efectos en las características físicas de las películas como producto de los tratamientos térmicos, pues en el proceso descrito en las reivindicaciones se obtiene una única fase eléctricamente aislante, a diferencia de D1 en donde se obtiene una mezcla de fases de películas semiconductoras. Note que en la figura 1 de D1, los difractogramas de DRX evidencian la presencia de CuO (semiconductor) por encima de los 300°C , a diferencia del difractograma de DRX mostrado en el documento de solicitud de patente en la figura 4, en donde se observa la presencia de una única fase de Cu_2O aislante, obtenida a partir del proceso descrito en las reivindicaciones. Note que tanto en D1 como en el documento de solicitud de patente se realizan tratamientos térmicos por encima de los 300°C sin embargo, al ser los procesos térmicos diferentes, se obtienen resultados diferentes como lo evidencian los difractogramas de DRX de ambos estudios.

Adicional, en las gráficas 11 y 12 del documento de solicitud de patente queda claro que el óxido que se obtiene mediante el tratamiento descrito según las reivindicaciones 1, 3,4 es un óxido aislante, por tener una resistencia eléctrica que varía entre los K Ω y los M Ω . También es claro que mediante el proceso descrito en la solicitud de patente en la figura 4 correspondiente a la caracterización por DRX se demuestra que se obtiene una única fase de óxido correspondiente al Cu₂O. En D1 lo que se obtiene es una mezcla de óxidos de las fases Cu₂O y CuO. La presencia de la fase de CuO en la mezcla, hace que ésta mezcla presente un comportamiento eléctrico semiconductor, con valores de resistencia del orden de los Ω , como se puede observar en la figura 1 de D1.

Por lo tanto, sí se evidencia un efecto asociado a incluir etapas de oxidación térmica y enfriado con rampas de temperatura y tiempos específicos.

- En el apartado 4.2, del documento de examen de fondo se menciona que “¿Cómo modificar el método conocido en D1 con el fin de obtener un método alternativo?”.

Aunque los dos métodos D1 y el método descrito en el documento de solicitud de patente son similares por cuanto ambos se basan en la oxidación térmica, las rampas de temperatura utilizadas en el documento de solicitud de patente garantizan que se obtiene una única fase de óxido y adicionalmente esta fase es aislante, mientras que utilizando el método descrito en D1, se obtiene una mezcla de las fases CuO y Cu₂O, la cual es una fase semiconductora.

Puesto que en el proceso descrito en la reivindicación 1 se realizan las variaciones experimentales requeridas, tales como atmosfera de oxidación, forma y tamaño de la muestra, como se evidencia en la figura uno del documento de solicitud de patente. Estas variables determinan el resultado final del proceso. Por lo tanto, el uso de condiciones diferentes conduce a resultados diferentes. Estas variaciones en el proceso resultan de la creatividad del investigador. Cualquier hallazgo experimental que no haya sido reportado previamente se constituye en novedoso.

- También se menciona que: “Sin embargo, el incluir rampas de temperatura y tiempos específicos para obtener el método, ya está divulgado en D2 que se refiere a un método para depositar películas delgadas de cobre de varios espesores a temperatura ambiente sobre sustratos de vidrio y silicio donde las películas de cobre recién desarrolladas se oxidaron térmicamente en el aire y en el ambiente de oxígeno a diversas temperaturas durante diferentes duraciones”.

Como se estableció con anterioridad en la sección de la novedad, en D2 se reporta la deposición de películas de cobre sobre sustratos de silicio con diferentes espesores de la película, la posterior oxidación de esas películas a diferentes temperaturas y la caracterización eléctrica y estructural de las mismas. En la figura 1 del artículo D2 se reporta el comportamiento de la resistencia eléctrica como función de la temperatura para las películas de óxidos cobre, encontrándose valores de resistencias muy pequeñas (del orden de los Ω), lo que demuestra que las fases crecidas en D2 son semiconductoras. Para el caso de la película crecida mediante el proceso descrito en la reivindicación 1, los valores de las resistencias que se miden son del orden de los M Ω , lo que caracteriza a estas películas como aislantes,

ver figuras 11 y 12 del documento de la solicitud de patente. Por lo tanto, las películas obtenidas según el proceso descrito en la reivindicación 1 son eléctricamente diferentes a las películas reportadas en D2.

- En el apartado 4.2, del documento de examen de fondo se menciona que “En consecuencia, la persona normalmente versada en la materia estaría motivada a incluir/modificar rampas de temperatura y tiempos específicos en las etapas de oxidación térmica y enfriado del método de D2 en el método de D1, para así llegar al objeto de la reivindicación 1. Por lo cual se considera obvia”.

Si bien podría parecer obvia la acción de modificar de las rampas de temperatura, el proceso de encontrar la historia térmica para obtener una única fase y que además ésta fase fuese aislante, es un proceso que requiere de análisis y creatividad, debido a que cada una de las fases que se puede sintetizar tiene propiedades físicas diferentes y que el proceso de formación de los óxidos es demasiado sensible a pequeñas variaciones en la historia térmica y por ende a las variables que controlan el proceso. El investigador debe poder reconocer que la síntesis de una única fase y que además sea aislante tiene implicaciones muy importantes desde el punto de vista tecnológico y la importancia de encontrar alternativas para la síntesis de compuestos de forma fácil, económica y amigable con el medio ambiente.

- En el apartado 4.2, del documento de examen de fondo se menciona que “Las reivindicaciones dependientes 2 a 9 no mencionan alguna característica que, junto con las características de la reivindicación independiente, aporte nivel inventivo al proceso de la reivindicación 1, por lo cual se considera que no tienen nivel inventivo”

Basados en las observaciones realizadas con anterioridad consideramos que las reivindicaciones dependientes 2 a 9 si mencionan características que en conjunto de la característica de la reivindicación independiente que aporta nivel inventivo a la reivindicación 1 (la reivindicación 10 se eliminó y su contenido fue integrado a la reivindicación 9)

En el proceso descrito en D1 se obtiene una película de óxido en el rango de temperatura para los valores (80, 150, 300, 400 y 500 °C). La temperatura de la película se eleva continuamente hasta que alcanza cada uno de éstos valores. Para los valores de temperatura de 300 y 400°C se reporta en la figura 1 del estudio de DRX de D1, la presencia de las fases C2O y CuO. En el proceso descrito en la reivindicación 1, la temperatura del cobre es inicialmente llevada hasta un valor entre 250- 300°C según la reivindicación 3, con lo cual se logra una preoxidación con la presencia de una fase semiconductor. Posteriormente se incrementa la temperatura de esta fase hasta un valor entre 320 y 340 °C, según la reivindicación 4, para obtener la película de una sola fase de óxido aislante, Cu₂O. De esta manera, durante el proceso de formación del óxido, no se permite la formación del óxido cúprico, solo se forma Cu₂O como se evidencia en el estudio de DRX, figura 4 del documento de solicitud de patente, además se logra obtener una única fase de óxido aislante, como se evidencia en las figuras 11 y 12 del documento de solicitud de patente. En resumen, el proceso descrito en la reivindicación 1 se constituye en nivel inventivo en relación a D1, porque incorpora un proceso de preoxidación según las reivindicaciones 3 y 4, el cual conlleva a la formación de una única fase de Cu₂O, la cual es aislante.

En conclusión, el proceso descrito en la reivindicación difiere de los procesos y los resultados obtenidos en D1 y D2 en su nivel de inventivo.

Atentamente,

Hernando Correa Gallego

Inventor

Universidad del Quindío

Ricardo Pineda Sánchez

Inventor

Universidad del Quindío

Liliana del Socorro Tirado Mejía

Inventora

Universidad del Quindío