

◆ 专论与综述 ◆

# 关于农药制备工艺专利纠纷的案例分析与探讨

王廷廷, 梁艳辉

(国家知识产权局专利局 专利审查协作江苏中心, 江苏苏州 215010)

**摘要:**近年来,我国农药企业产品出口到美国时,接连遭遇了制备工艺的专利侵权诉讼。本文通过对涉及侵权诉讼的甲磺草胺、嘧菌酯制备工艺专利的分析比较,对侵权诉讼证据举证和无效宣告程序进行剖析,探讨农药制备工艺专利申请文件的撰写,为我国农药企业的专利申请提供建议和借鉴。

**关键词:**农药;制备工艺;337调查;专利侵权;专利撰写

中图分类号:G 306.4 ;TQ 450 文献标志码:A doi:10.3969/j.issn.1671-5284.2018.03.002

## The Case Analysis and Discussion on the Patent Disputes About the Process for Preparation of Pesticidal Compound

WANG Ting-ting, LIANG Yan-hui

(Patent Examination Cooperation Jiangsu Center of the Patent Office, SIPO, Jiangsu Suzhou 215010, China)

**Abstract:** In recent years, Chinese pesticide manufactures had suffered patent infringement litigation of pesticide preparation process one after another when they exported their products to the United States. The paper analyzed and compared the patents about preparation process of sulfentrazone and azoxystrobin involved in the infringement litigation, investigated the process of proofing and invalidating the patent infringement litigation, discussed how to write a patent application on the preparation process of pesticides, and provided suggestions to the Chinese pesticide enterprises in patent preparation.

**Key words:** pesticide; preparation process; ITC 337; patent infringement; patent writing

农药既可以指农药活性成分,又可以指包括活性成分和助剂的农药制剂。本文所指的农药,专指农药活性化合物。通常情况下,农药的制备工艺首次记载于原药化合物专利申请文件中,所属技术领域的技术人员根据记载,能够实施该制备工艺,并得到农药。但在进行农药的技术研发和专利布局时,研发改进农药的制备工艺或者研发新的制备工艺是间接延长化合物专利保护期的重要手段之一。特别是近年来,由于环境毒理学的要求逐渐提高,新农化化合物的研发越来越困难,对已经在市场上取得成功的农药研发新的制备工艺,成为众多农药企业研发的主攻方向。因此,无论是对农药新化合物的研发,还是对农药上市化合物的研发,都存在研发新的制备工艺的客观需求。农药新的制备工

艺主要可以概括为2类:一类是与已知合成路线完全不同的全新合成路线;另一类是对已知合成路线的部分调整,例如使用新的催化剂、中间体、溶剂,改变反应的温度、时间、压力等工艺条件。新制备工艺的技术效果主要包括:合成产物的收率和/或纯度提高,降低了生产成本,环境友好,制备过程绿色及其“三废”容易处理等。

专利的权利要求分为产品权利要求和方法权利要求,农药制备工艺通常会被撰写成方法权利要求。由于搜集侵犯方法权利要求的证据难度大,所以农药制备工艺专利维权的难度也相对较大。特别是在侵权诉讼过程中,负有举证责任一方往往会决定诉讼的成败。

本文以我国农药企业在美国的第1起337调查

收稿日期:2018-02-07

作者简介:王廷廷(1986—),黑龙江省鸡西市人,助理研究员,从事农药领域发明专利实质审查工作。E-mail:winner28.ok@163.com

案——关于甲磺草胺的制备工艺专利US7169952B2<sup>[1]</sup>,以及先正达公司与Willowood公司在美国专利侵权诉讼案——关于噁菌酯的制备工艺专利US8124761B2<sup>[2]</sup>为例,比较US7169952B2和US8124761B2的专利申请文件,以及侵权诉讼的过程,分析中国和美国同族专利的无效宣告过程及结论,并就如何撰写农药制备工艺专利的申请文件提出了建议。

## 1 US7169952B2和US8124761B2的比较

### 1.1 说明书背景技术

背景技术是指对现有技术检索结果进行总结,提炼出本发明的技术方案相对于接近的现有技术所要解决的技术问题。US7169952B2、US8124761B2专利的背景技术中都引用了在先公开的专利,并都指出了在先公开的技术方案存在的技术问题或缺陷,进而提出了本发明所要解决的技术问题。

#### 1.1.1 US7169952B2背景技术

US4818275通过在二氯甲烷中将相应的芳基胺与甲磺酰氯、过量的三乙胺反应,然后用氢氧化钠处理所得的二(甲磺酰基)胺中间体制备甲磺草胺。而且,还已知可以用甲磺酰氯处理芳基胺直接制备*N*-(取代芳基)磺酰胺。但是,盐酸受体或清除剂,如吡啶或三乙胺,必须过量加入使反应进行完全。当进行大规模反应时,所述盐酸受体必须回收,循环利用或者作为工艺的一部分进行处理。这种回收/循环利用或处理导致巨大的生产成本。在试图将芳基胺转化为*N*-(取代芳基)磺酰胺时还需要注意的是产物低收率,因为当反应进行完全时会形成二(甲磺酰胺)副产物。

因此,需要在不加入酸清除剂的条件下,由芳基胺直接制备*N*-(取代芳基)磺酰胺,且基本无二(甲磺酰胺)副产物生成。

#### 1.1.2 US8124761B2背景技术

制备噁菌酯的方法描述于WO9208703中,噁菌酯通过2-氰基苯酚与(*E*)-2-[2-(6-氯-嘧啶-4-基氧基)苯基]-3-甲氧基丙烯酸甲酯反应制备。高收率不对称4,6-二(芳氧基)嘧啶衍生物的制备方法公开于WO0172719A1(CN1419549A)中,其中以6-氯-4-芳氧基嘧啶与苯酚为反应原料,选择专利中列出的1种溶剂和1种碱,并添加摩尔分数为2%~40%的1,4-二氮杂二环[2.2.2]辛烷(DABCO)。

本发明是基于这样的发现,即当用DABCO作催化剂制备噁菌酯或新型噁菌酯乙缩醛前体时,相

对昂贵的催化剂用量明显少于WO0172719A1中所预期用量,而收率没有降低。方法不仅降低了生产成本,还增加了环境效益,减少了催化剂在废水中的排放量。

### 1.2 说明书技术效果

技术效果是指对发明的技术方案所要解决的技术问题完成的情况,以证明本发明的技术方案相对于现有技术取得了显著的进步,是创造性判断的重要依据。US7169952B2和US8124761B2专利都采用文字描述结合实验数据的方式体现技术效果。US7169952B2专利主要以不同的催化剂种类以及转化率体现,US8124761B2专利以催化剂浓度区间内的产物收率和反应时间体现。

#### 1.2.1 US7169952B2技术效果

US7169952B2发明方法比已有方法更安全、更经济有效,这是因为方法不使用盐酸受体,所用催化剂也更安全,并且缩短了完全反应所需的时间。除此以外,本发明的方法通常以90%以上,往往是95%以上的转化率将苯胺原料转化为磺酰胺。

实施例2、实施例4、实施例8使用DMF为催化剂,实施例1、实施例9使用NMP为催化剂,实施例3使用1,1,3,3-四甲基脲为催化剂,实施例5使用DMAC为催化剂,实施例6使用HMPA为催化剂,实施例7以1-(2,4-二氯-5-乙酰氨基苯基)-4-二氟甲基-4,5-二氢-3-甲基-1*H*-1,2,4-三唑-5-酮为催化剂。

#### 1.2.2 US8124761B2技术效果

相对昂贵的催化剂用量明显少于WO0172719中预期催化剂用量,而收率没有降低。方法降低了生产成本,增加了环境效益,减少了催化剂在废水中的排放量。

当DABCO摩尔分数低于2%时,方法制备的噁菌酯收率未出现大幅降低,甚至DABCO摩尔分数低至0.1%时,收率也能达到理论值的93.4%。另外,不含DABCO实验的收率非常低,且反应时间需要8 h;而对于含摩尔分数0.1%和0.2% DABCO的反应则需要5 h;对于含摩尔分数1.0%和2.0% DABCO的反应仅需要1 h。

### 1.3 疑似侵权的权利要求

权利要求是确定权利保护范围的依据,主要由权利要求中的技术特征组成。当从属权利要求引用独立权利要求时,从属权利要求的技术特征是指独立权利要求的所有技术特征结合从属权利要求的技术特征。US7169952B2疑似侵权的权利要求25~28中同时涉及反应温度和时间,US8124761B2疑似

侵权的权利要求1涉及DABCO的浓度范围。

### 1.3.1 US7169952B2疑似侵权的权利要求

权利要求18,一种制备通式 所示的磺酰胺的方法。所述方法在*N,N*-二甲基甲酰胺存在下,温度为120~160℃范围内,将通式 所示的苯胺和通式为R<sup>1</sup>-SO<sub>2</sub>-Z的磺化剂A反应3~7h,限定取代基的种类。通式 、见图1。

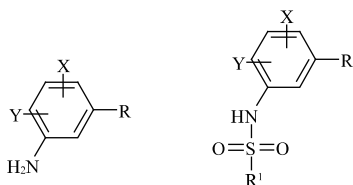


图1 通式 、 结构

权利要求25,采用权利要求18所述的方法,其特征在于X为2-氯,Y为4-氯,R为4-二氟甲基-4,5-二氢-3-甲基-5-氧代-1*H*-1,2,4-三唑-1-基,R<sup>1</sup>为甲基。

权利要求26,采用权利要求18所述的方法,其特征在于所述反应是在溶剂中进行。

权利要求27,采用权利要求26所述的方法,其特征在于所述溶剂为芳烃、烷烃或烯烃溶剂。

权利要求28,采用权利要求27所述的方法,其特征在于所述溶剂选自甲苯、二甲苯和二乙苯。

### 1.3.2 US8124761B2疑似侵权的权利要求

权利要求1,一种制备通式 化合物的方法。其包括:①将通式 化合物与2-氰基苯酚或其盐在摩尔分数大于0.1%,小于2%的DABCO存在下反应;②将通式 化合物与通式 化合物在摩尔分数大于0.1%,小于2%的DABCO存在下反应。其中W为(*E*)-2-(3-甲氧基)丙烯酸甲酯基团[C(CO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)=CHOCH<sub>3</sub>]或2-(3,3-二甲氧基)丙酸甲酯基团[CH(CO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)CH(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] ,或者所述2个基团的混合物,其中DABCO是最后加入的组分。各通式结构见图2。

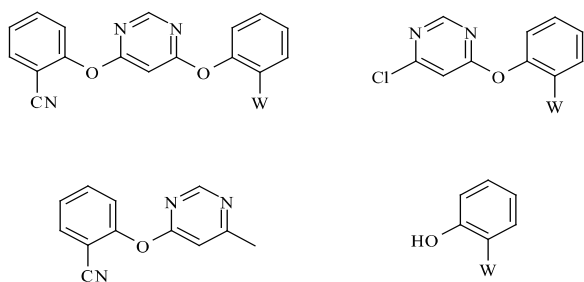


图2 通式 ~通式 结构

## 1.4 疑似侵权的证明方法

法院判断侵权事实成立与否与专利权人搜集到的侵权证据有关。富美实公司并未提出侵犯专利权的物证,而是仅仅从产品的生产成本以及产品价格上提出了疑似侵权的理由。因此,富美实公司提出的举证责任倒置被法院驳回。基于富美实公司并未提出有效的证据,法院最终判定不侵权。然而,先正达公司却提供了疑似侵权的检测证据,因此,先正达公司提出的举证责任倒置被法院接受。由于Willowood公司未提供不侵权的有效证据,因此法院最终判定侵权。

### 1.4.1 US7169952B2侵权证据和举证责任

富美实公司宣称颖泰嘉和与江西禾益两家中国公司很有可能侵权,采用受到专利保护的甲磺草胺生产过程,从而减少了生产过程中的副产物及有害的化学催化剂使用量,使得生产成本降低,产品价格大大低于富美实公司的产品价格。

富美实公司根据美国专利法第295条规定,提出了举证责任的倒置,要求颖泰嘉和与江西禾益提供未侵权的证明,但是并没有得到行政法官的认可。

### 1.4.2 US8124761B2侵权证据和举证责任

Willowood公司提供盐城泰禾总经理证言,证明盐城泰禾及其中间供应商都未使用DABCO制备嘧菌酯。Willowood公司同时提供JDM和PSL的检测结果,表明他们的嘧菌酯中不含有DABCO。

先正达公司提供了CAC上海、JDM以及先正达公司的分析实验结果。检测结果表明,Willowood公司的Azosy 2 SC中含有DABCO。先正达技术专家Fortuak博士提出,盐城泰禾使用DABCO制备嘧菌酯未超出专利权利要求限定的范围。先正达公司根据美国专利法第295条规定,提出了举证责任的倒置,要求Willowood公司提供未侵权的证明,得到了法院的认可。

## 2 中国与美国同族专利无效的比较

### 2.1 专利被提无效的比较

当专利涉及侵权诉讼的时候,一般同时伴随专利的无效宣告程序。如果专利权被宣告无效,则权利视为自始不存在,侵权诉讼自然得以化解。专利被提无效的证据均来源于说明书背景技术中提到的内容,但是由于2篇专利对本发明技术效果的描述不同,以及证人结合证据的理由,导致出现了不同的无效结果。

### 2.1.1 US7169952B2被提无效证据

该案提起专利无效采用的证据是US5990315,认为该案采用US5990315制备方法制备得到磺酰胺,但是没有商品化或作为除草剂用,也未在EPA注册。Gribble博士认为,提高温度对本领域技术人员来说是显而易见的,因为这是基本的化学反应,众所周知升温会加速反应并增加磺酰胺的转化率。使用吡啶工艺催化是已知的,是已经发表,并已实现商业化,吡啶工艺催化和权利要求保护的工艺之间唯一区别是使用DMF而不是吡啶,通过温度的升高来缩短反应时间。行政法官认为该专利方法除了能够制备甲磺草胺外,没有任何其它优点,该专利的权利要求25~28根据《美国法典》第35编第102条g(2)的规定,专利无效。

### 2.1.2 US8124761B2被提无效证据

Willowood公司提供Lipton博士证言,根据专利US20030092723A1(WO0172719A1同族专利)提出US8124761B2专利无效。分析US20030092723A1专利的化学反应,根据催化剂在反应中的作用以及催化剂如何影响反应,指出降低催化剂DABCO的浓度对本领域技术人员来说是显而易见的,因为研究人员为了降低成分对环境的影响有动机减少催化剂用量。但先正达公司不认可Lipton博士的证言,认为其分析存在“事后诸葛亮”的偏见,且仅代表Willowood公司法律顾问的观点,而不是其自身观点和分析。先正达公司认为Lipton博士的观点用于证明US8124761B2专利显而易见性是不充分的。联邦法院判定该专利有效。

## 2.2 同族专利在我国的现状

### 2.2.1 US7169952B2同族专利在我国的现状

US7169952B2中文同族专利CN1195742C被北京颖泰嘉和生物科技有限公司提起无效宣告请求。经过口审,维持专利全部有效状态。

### 2.2.2 US8124761B2同族专利在我国的现状

US8124761B2中文同族专利CN101163682B,在实质审查过程中,曾有人提供第三方审查意见,但是该专利最终获得了专利授权,目前在中国并未提出无效宣告请求,仍处于维持有效阶段。

由US7169952B2和US8124761B2同族专利在我国的现状可知,由于我国和美国的专利法存在差异,尽管采用相同的理由和证据,CN1195742C在我国经过无效程序后仍维持有效。因为竞争者已经在

实审过程中提供了第三方审查意见,相当于提出了无效宣告程序,所以在专利授权后,不再提无效宣告程序,也可以理解。

## 3 撰写农药制备工艺专利申请文件的建议

专利申请文件撰写的质量决定了权利的有效性,由于制备工艺的复杂性,侵权举证的不确定性,撰写申请文件时需要全盘考虑。根据前述内容,笔者对撰写农药制备工艺专利申请文件提出如下建议:1)应当查询现有技术中相关联的技术方案,对现有技术进行总结和归纳,比较研发的技术方案与现有技术的差异,提炼并确定发明实际解决的技术问题,将相关的现有技术撰写在背景技术中。2)根据现有技术情况和发明实际解决的技术问题,概括发明构思的核心,提炼发明构思相关联的技术特征,根据技术特征的必要性对权利要求进行布局。3)描述体现发明的技术方案解决技术问题的效果,采用对比的方式体现差异,比如,调整发明技术方案的部分技术特征,展现技术效果的改变,或者与现有技术中接近的技术方案相比,展现技术效果的异同等。4)描述判断发明的技术方案被侵权的方法,例如,产物中有特殊的杂质或组分等,应当记载杂质或组分的特点,以及不可规避性。有时申请人为了保密,不在申请文件中撰写判断侵权的特征,而当发现有人侵权时,才将判断侵权的特征作为检验侵权方产品主要手段的证据公开。5)采取技术方案部分公开结合商业秘密的形式。如果涉及的技术特征较多或者繁琐,也可以尝试将某些技术特征以公知常识或常规使用手段隐藏起来,使他人看了专利后却无法轻易实施制备,难以得到相应的产品。但是这种做法的风险较大,如果被发现,将不能获得授权,或者授权后的权利不稳定。

专利以公开换保护,申请人想要获得有效的权利保护,必须以坚实的申请文件作为基础。

### 参考文献

- [1] 肖西祥,杨凌云.我国农药企业遭遇的首起“337调查”案解析[J].中国发明与专利,2015(2):75-79.
- [2] Administrative Office of the US. United States Courts Archive, Case 1 [EB/OL]. [2018-02-01]. <http://www.uscourts.gov/about-federal-courts>.

(责任编辑:顾林玲)