

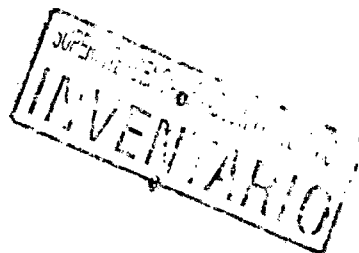
Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

Organizacion CSA Ltda

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION



21. EXPEDIENTE No.

00-41903

54. TITULO

PRODUCCION DE POLIAMIDAS A PARTIR DE EXTRACTOS DE POLIAMIDAS

Y LACTAMAS

Ver titulo nuevo en folio 95

51. CLASIFICACION INTERNACIONAL

C 08G 69/00

71. SOLICITANTE

BASF AKTIENGESellschaft

DOMICILIO

Ludwigshafen, Alemania.

74. APODERADO

EMILIO FERRERO

Código No. 1092

22. SANTAFE DE BOGOTA, D.C.

06-06-2000



00 41903

UDD
E DI
CION

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicacion : 00041903 00000000
Fecha (AMD) : 2000-06-06 16:54:14
Tramite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Folios: 38

: 02 EVENTO: 01 ACTUACION: 01

DATOS DEL SOLICITANTE

BASF AKTIENGESELLSCHAFT

(71) Nombres y Apellidos o Razón Social

No. de Identificación

Representante Legal (Persona Jurídica)

País de Domicilio

Alemania

Departamento o Estado

Dirección

Ciudad

67056 Ludwigshafen

EP 1194473
B1 (23-04-2003)
WO 0075216 (14-12-2000)

(74) DATOS DEL APODERADO

Nombre

EMILIO FERRERO

Dirección y Domicilio

Carrera 4 No. 72-35 Piso 4o.

Ciudad

Bogotá, Colombia

DATOS DEL INVENTOR

(72) Nombre del Inventor (es)

1- Dr. Ralf MOHRSLADT,
2- Dr. Volker HILDEBRANDT
3- Dr. Alfons LUDWIG

Identificación

Dirección

Ciudad

1- Sternalee 5, 68723 Schwetzingen, Alemania.
2- Am Brunnengarten 23, 68169 Mannheim, Alemania.
3- Weintalstr. 28, 37671 Hötter, Alemania.

DATOS DE LA PATENTE DE INVENCION

(54) Título de la Invención

**PRODUCCION DE POLIAMIDAS A PARTIR DE
EXTRACTOS DE POLIAMIDAS Y LACTAMAS**

PRIORIDAD REIVINDICADA

SI ☒

NO ☐

TIPO DE PRIORIDAD

ANDINA ☐

UNIONISTA ☒

(33) País

DE.

Fecha

07 de junio de 1999

No. Solicitud

19925906.2

Convención de París

Para Publicar a los

☐ 6 meses

☐ 12 meses

☒ 18 meses a partir de la fecha de la presente solicitud

Colo: 00361-801-180-7

JBP/mrm-

(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL

C08G 69/00 C08G 06/00

1-8 000 000

RESUMEN CON EL OBJETO Y LA FINALIDAD DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir poliamidas haciendo reaccionar por lo menos una lactama y opcionalmente otros monómeros formadores de poliamidas con extractos de oligómeros y monómeros acuosos obtenidos durante la extracción con agua del producto de polímero obtenido en la producción de poliamidas, encontrándose el contenido de agua de la mezcla de reacción en el rango de 0,5 a 13% en peso, que comprende realizar la reacción en presencia de óxidos de metal, betazeolitas, silicatos estratificados, geles de sílice, que pueden estar impurificados, como catalizadores heterogéneos, utilizándose los catalizadores heterogéneos de una manera que permita la remoción mecánica de la mezcla de reacción, y que son removidos de la mezcla de reacción durante la polimerización o después que ha finalizado.

ANEXOS DE LA SOLICITUD

- | | |
|--|-------------------------------------|
| Certificado de Existencia y Representación Legal cuando el solicitante sea Persona Jurídica | ☒ |
| Los poderes debidamente otorgados, o mención de su protocolización ante la SIC | ☒ |
| Recibo de la tasa respectiva <i>por un valor de \$ 608.000</i> | ☒ |
| Recibo de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación | ☐ |
| Si se reivindica prioridad Andina: | |
| Copia de la primera solicitud | ☐ |
| Traducción oficial | ☐ |
| Si se reivindica prioridad Unionista: | |
| Copia certificada de la primera solicitud: | ☐ |
| Nota: Debe presentarse dentro de los tres (3) meses, contados a partir de la fecha de radicación de la solicitud posterior | |
| Traducción simple | ☐ |
| Capítulo descriptivo | ☒ |
| Dibujos, planos necesarios | ☐ |
| Capítulo reivindicatorio | ☒ |
| Tarjeta archivo propietarios según formato | ☒ |
| Tarjeta archivo temático según formato | ☒ |
| Extracto para publicación según formato | ☒ |
| Arte final 12 x 12 cms Y 6x6 cms | ☐ |
| Otros Documentos | ☐ |

SOLICITO LA CONCESION DE LA PATENTE DE INVENCION Y DECLARO QUE LA INVENCION ES NUEVA Y DE MI PROPIEDAD

FIRMA



NOMBRE EMILIO FERRERO

CC. 438.019 de Usaquén

T.P.No. 31.929

PRODUCCION DE POLIAMIDAS A PARTIR DE
EXTRACTOS DE POLIAMIDAS Y LACTAMAS

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir poliamidas haciendo reaccionar mezclas de por lo menos una lactama y el extracto obtenido en la extracción de poliamidas, bajo condiciones de formación de poliamidas.

La poliamida que se produce principalmente por polimerización de caprolactama tiene un contenido de equilibrio de monómero y oligómero de caprolactama de 8 a 15%, dependiendo de la temperatura. Los monómeros y oligómeros de caprolactama interfieren con el procesamiento ulterior y son por lo tanto retirados usualmente por extracción con agua, alcohol o agua que contiene caprolactama o por tratamiento con gases inertes o por tratamiento con vacío después de pelletización.

La extracción con agua produce usualmente un agua de extracción que contiene desde aprox. 2 a 15% en peso de monómero y oligómero de caprolactama, y este agua de extracción se recupera por razones económicas y de protección ambiental, volviendo a reciclar a la polimerización el monómero y oligómero de caprolactama.

La DE-A-43 21 683 y la US 4.049.638 describen procedimientos para la producción de policaprolactama permiten el uso de caprolactama con un contenido de agua de hasta 15%. La EP-A-0 745 631 revela la reutilización de

licores de extractos acuosos mediante la adición de pequeñas cantidades de un ácido di- o policarboxílico, dado que por otro lado el extracto es más lento de polimerizar que la caprolactama.

Dado que el extracto contiene también apreciables fracciones de oligómeros cíclicos que permanecen sin cambios durante la polimerización, se han propuesto varios procedimientos para craquear estos oligómeros o convertirlos en oligómeros lineales. Los oligómeros se craquean normalmente usando ácido fosfórico o altas temperaturas. Por ejemplo, la US 5.077.381 describe un procedimiento para craquear los oligómeros a desde 220°C hasta 290°C, preferentemente bajo presión elevada.

Antes de reciclar a la polimerización, el licor de extracción usualmente de aprox. 10% en peso debe ser procesado primero, es decir, generalmente concentrado. El procesamiento se realiza generalmente por destilación del agua. La DE-A-25 01 348 describe la concentración en ausencia de oxígeno atmosférico, siendo precedida la concentración a más del 70% en peso por la adición de caprolactama virgen al agua de extracción. La EP-A-0 123 881 revela la adición de caprolactama al licor de extracción antes del comienzo de la concentración para reducir la separación de oligómero.

Sin embargo, el uso de los procedimientos arriba mencionados para el reciclado del agua de extracción ha

presentado una seria desventaja. El reciclado continuo del agua de extracción es responsable de un aumento sustancial en la concentración del oligómero y del dímero cíclico termodinámicamente estable no sólo en la mezcla de reacción sino también en el polímero, si en el transcurso de la polimerización continua hidrolítica de lactama, el craqueo de los oligómeros no es exitoso o la obtención del equilibrio químico es demasiado lenta. Adicionalmente, el aumento en la concentración de oligómeros es particularmente elevado cuando la mezcla de reacción - para producir, por ejemplo, poliamidas de alto peso molecular - tiene un bajo contenido de agua.

Un objeto de la presente invención es proveer un procedimiento para producir poliamida en el cual el agua de extracción de la extracción de poliamidas puede ser procesada o reciclada ulteriormente, acelerar el craqueo de los dímeros de lactama y oligómeros superiores y la obtención del equilibrio químico durante la polimerización de la masa fundida y producir poliamidas que tienen extraíbles totales reducidos y especialmente un contenido de dímeros y oligómeros reducidos.

Hemos hallado que este objeto se alcanza de acuerdo con la invención por un procedimiento para producir poliamidas haciendo reaccionar por lo menos una lactama y opcionalmente otros monómeros formadores de poliamida con extractos de

$P[\text{oligómeros}] \rightarrow \text{la mezcla de reacción tiene } \downarrow \text{H}_2\text{O}$

oligómeros y monómeros acuosos obtenidos durante la extracción con agua del producto de polímero obtenido en la producción de poliamidas, encontrándose el contenido de agua de la mezcla de reacción en el rango de 0,5 a 13% en peso, que comprende realizar la reacción en presencia de óxidos de metal, beta-zeolitas, silicatos estratificados o geles de sílice, que pueden estar impurificados, como catalizadores heterogéneos, utilizándose los catalizadores heterogéneos de una manera que permita la remoción mecánica de la mezcla de reacción, y que son removidos de la mezcla de reacción durante la polimerización o después que ha finalizado.

La polimerización es realizada preferentemente en por lo menos 2 etapas, realizándose la primera etapa bajo una presión elevada a la cual la mezcla de reacción, con la excepción del catalizador heterogéneo, se encuentra presente en forma de una fase líquida simple y realizándose la segunda etapa bajo una presión en el rango de 0,1 mbar a 1,5 bar para la postcondensación, estando presente el catalizador heterogéneo en la primera etapa o en ambas etapas.

Preferentemente, la reacción en la primera etapa se realiza entre 170°C y 310°C y entre 5 y 40 bar. Preferentemente, se realiza una descompresión adiabática en la segunda etapa para descargar agua y cualquier monómero u oligómero de lactama por evaporación flash.

La presente invención provee por lo tanto un

procedimiento para producir poliamidas a partir de por lo menos una lactama, especialmente caprolactama, y opcionalmente otros monómeros y opcionalmente aditivos y sustancias de relleno usuales, que comprende hacer reaccionar una mezcla de reacción que comprende agua de extracción de la extracción de poliamida y lactama virgen y que tiene un contenido de agua de 0,5 a 13% en peso en presencia de un catalizador de óxido de metal heterogéneo bajo condiciones formadoras de poliamida. El procedimiento de la invención hace posible producir poliamidas que tienen (comparado con la técnica anterior) un contenido de extraíbles claramente reducido y especialmente un nivel reducido de dímeros y de oligómeros superiores. La invención es ventajosa en particular cuando la mezcla de reacción tiene un bajo contenido de agua, de modo que el cracking de oligómero (libre de catalizador) tiene lugar en forma particularmente lenta.

Las aguas de extracción obtenidas en la extracción de poliamida contienen generalmente de 4 a 15% en peso de sustancias orgánicas con o sin sustancias inorgánicas. Para poder ser recicladas en la polimerización, estas aguas de extracción primero tienen que ser evaporadas. Esto se realiza de una manera convencional en una unidad de evaporación de etapa simple o múltiple teniendo un tiempo de permanencia breve, por ejemplo, en un evaporador Robert, un evaporador de

película descendente, un evaporador de película delgada o un evaporador rotativo. La evaporación es realizada hasta un contenido de extracción de no más de 85% en peso, dado que esta concentración está aún por debajo de aquella a la cual se observa que se separan los componentes disueltos. Preferentemente la evaporación es realizada hasta un contenido de extracción de 60% a 85% en peso, especialmente de 70 a 85% en peso. Las temperaturas de evaporación se encuentran generalmente en el rango de 103°C a 115°C, preferentemente de 107°C a 112°C (a presión estándar). En general, la evaporación se realiza continuamente.

Particularmente, el agua de extracción es mezclada preferentemente con lactama virgen aún antes de la concentración, especialmente cuando la extracción de la poliamida no se realiza con agua que contiene caprolactama. Esto tiene la ventaja de que el concentrado de extracción es estabilizado contra las separaciones de oligómeros aún durante la concentración. La relación en peso entre la caprolactama agregada y el contenido de extracción se fija en el rango de 0,1 a 1,5, preferentemente de 0,5 a 1.

El concentrado de licor de extracción de la concentración tiene generalmente una temperatura entre 107°C y 112°C y es mezclado subsiguientemente con la lactama a ser polimerizada. Se usa suficiente lactama para que la mezcla resultante tenga un contenido de agua de 0,5 a 13% en peso,

preferentemente de 0,5 a 10% en peso, en particular preferentemente de 0,6 a 7%, especialmente de 1 a 4% en peso, más preferentemente aún de 1,9 a 3,5%. Para fijar este contenido de agua, se mezcla el concentrado con la lactama en una relación de peso que se encuentra generalmente en el rango de 1:1 a 1:12, preferentemente de 1:1 a 1:10, especialmente de 1:1 a 1:8. El alto contenido de lactama (generalmente en el rango de 79 a 95% en peso) mejora la solubilidad de los oligómeros presentes en la mezcla, de modo que no se observan separaciones. La mezcla es por lo tanto estable y puede ser almacenada por lo menos por varias horas hasta el procesamiento ulterior, sin que se observen bloqueos en el equipo.

La mezcla se somete entonces a la polimerización que tiene lugar en presencia de catalizadores de óxidos de metal heterogéneos. La polimerización se realiza generalmente en forma continua y esencialmente de acuerdo con los procedimientos descritos en la DE-A-43 21 683 y la DE-A-197 09 390, usándose lechos fijos de óxidos de metal en por lo menos una de las etapas o zonas de reacción. El catalizador o la mezcla de varios catalizadores heterogéneos se usa preferentemente en las zonas de reacción en las que la mezcla de reacción se encuentra presente como una fase líquida simple.

Los catalizadores heterogéneos útiles para la invención

incluyen óxidos de metal conocidos, tales como óxido de zirconio, óxido de aluminio, óxido de magnesio, óxido de cerio, óxido de lantano, y preferentemente dióxidos de titanio como así también beta-zeolitas y silicatos estratificados. Se prefiere particularmente el dióxido de titanio en forma de anatasa. El dióxido de titanio se encuentra preferentemente en una proporción no menor de 70% en peso, en particular preferentemente no menor de 90% en peso, en especial totalmente en la forma anatasa. Hemos hallado además que el gel de sílice, las zeolitas y los óxidos de metal impurificados - siendo, por ejemplo, impurificadores útiles rutenio, cobre o fluoruro - mejoran significativamente la conversión de los reactivos mencionados. Los catalizadores útiles se caracterizan particularmente por ser levemente ácidos de Brönsted y por tener un área superficial específica grande. De acuerdo con la invención, el catalizador heterogéneo tiene una forma macroscópica que permite la separación mecánica de la masa fundida de polímero del catalizador, por ejemplo, por medio de tamices o filtros. Proponemos que el catalizador se utilice en forma de extrudados, lechos fijos, gránulos o materiales o rellenos recubiertos con catalizador.

La primera zona de reacción que de acuerdo con la invención contiene el(los) catalizador(es), polimeriza preferentemente bajo condiciones en que la mezcla está

presente como una fase líquida simple, es decir, a temperatura elevada y presión elevada. En general, la polimerización se realiza a una temperatura en el rango de 170°C a 310°C, preferentemente de 175°C a 270°C, en particular preferentemente de 180°C a 230°C y a una presión en el rango de 5 a 40 bar, preferentemente de 12 a 20 bar.

Sin embargo, para obtener poliamida de alto peso molecular, el contenido de agua debería reducirse apreciablemente. Esto se logra preferentemente a través de una expansión adiabática de la mezcla de polimerización, preferentemente a una presión en el rango de 0,1 mbar a 1,5 bar, especialmente de 1 mbar a 1,3 bar, en particular preferentemente a presión atmosférica. Debido a la evaporación o liberación adiabática del agua, los oligómeros o aditivos no pueden depositarse sobre el equipo. Por el contrario, permanecen disueltos o suspendidos en la matriz de polímeros, asegurando un progreso uniforme de la polimerización.

Una primera forma de realización preferida comprende llevar a la mezcla a ser polimerizada a una temperatura en el rango de 170°C a 310°C y a una presión en el rango de 5 a 40 bar en presencia de catalizadores heterogéneos en una primera zona de reacción, haciendo que comience la polimerización. Después de haberse alcanzado la temperatura deseada y la presión deseada se realiza por lo menos una expansión

adiabática (como se describe particularmente más adelante). El producto obtenido después de la etapa de expansión es sometido a una polimerización posterior atmosférica u opcionalmente a una polimerización posterior bajo presión reducida de acuerdo con procedimientos conocidos en por lo menos una zona de reacción, que contiene igualmente, si se desea, catalizadores heterogéneos.

En otra forma de realización preferida, sin embargo, el producto obtenido después de la etapa de expansión es polimerizado adicionalmente en una primera zona de reacción a una temperatura en el rango de 170°C a 310°C y a una presión en el rango de 5 a 40 bar y luego sometido a una nueva expansión adiabática y finalmente postpolimerizado como se describió más arriba en una segunda zona de reacción. La polimerización ulterior en la primera zona de reacción es realizada generalmente en un recipiente de reacción descrito más particularmente más abajo.

En otra forma de realización preferida, la mezcla a ser polimerizada es llevada a una temperatura de 170°C a 310°C y a una presión de 5 a 40 bar, por ejemplo, enviando continuamente la mezcla a través de un intercambiador de calor calefaccionado por pocos minutos. Subsiguientemente, el producto es polimerizado incipientemente bajo las mismas condiciones de presión y temperatura en una primera zona de reacción que, de acuerdo con la invención, contiene los

catalizadores heterogéneos. La polimerización es realizada generalmente en un recipiente de reacción el cual, que además del material de catalizador puede contener también otros accesorios internos, por ejemplo, en un reactor tubular equipado con elementos de mezclado. Estos pueden ser elementos de mezclado colocados en forma ordenada (por ej. rellenos de Sulzer) o elementos de mezclado colocados en forma desordenada tales como elementos de relleno simplemente volcados (por ej. anillos de Raschig, esferas o anillos de Pall), y pueden estar también recubiertos con compuestos de óxidos de metal, de acuerdo con la invención. En esta zona de reacción tiene lugar una polimerización exotérmica de la mezcla de reacción, la cual por las razones antes mencionadas, es mantenida bajo condiciones de presión y temperatura apropiadas para asegurar que el sistema de reacción forme una fase simple. El tiempo de permanencia se encuentra generalmente en el rango de 0,5 a 3 horas, preferentemente en el rango de 1 a 2 horas.

La mezcla de reacción presurizada se expande subsiguientemente en forma adiabática en una zona de separación. La presión en esta zona de separación se encuentra generalmente en el rango de 0,1 mbar a 1,5 bar, preferentemente en el rango de 10 a 1300 mbar. El procedimiento de expansión es acompañado por una evaporación flash (utilizando el calor almacenado en la masa fundida de

polímero) del agua aún presente en el polímero. A diferencia de la vaporización convencional de agua en una superficie de intercambiador de calor, como se mencionó, una evaporación flash, es un procedimiento en el cual no se producen separaciones en las superficies del intercambiador de calor y otras superficies de aparatos de la matriz de polímeros. Se evitan las obstrucciones debido a depósitos orgánicos o inorgánicos. Adicionalmente, el calor liberado en el proceso es utilizado directamente para la vaporización del agua, representando una energía adicional y un ahorro en costos. Además es conveniente el enfriamiento de la mezcla de reacción, dado que el equilibrio de la condensación de polímeros es desplazado por la reducción de la temperatura hacia el lado del producto de mayor peso molecular. El vapor de agua liberado durante la etapa de expansión contiene componentes volátiles tales como monómero y oligómero de caprolactama. La rectificación a través de una columna puede usarse para eliminar el vapor de agua del sistema y para reciclar los productos orgánicos de vuelta al proceso.

La policaprolactama obtenida corriente abajo de la zona de separación del uso de la caprolactama, generalmente tiene un peso molecular en el rango de 3000 a 18000 g/mol, preferentemente de 6000 a 12000 g/mol. La viscosidad de la masa fundida se encuentra en el rango de 1 a 200 Pas a 270°C. La masa fundida de polímero es transferida, o bien,

inmediatamente después de la zona de separación, a una zona de reacción posterior en donde se produce otro aumento del peso molecular, o bien convertida directamente en una pieza de forma de acuerdo con los procedimientos usuales. La zona de reacción posterior de acuerdo con la invención puede estar equipada en forma similar con los catalizadores heterogéneos mencionados más arriba, en donde no sólo se reduce ulteriormente el contenido de oligómeros, sino que también aumenta el valor de la condensación.

Cuando la concentración de agua en la solución de extracción de mezcla de lactama concentrada es elevada y se elige una temperatura baja en la primera zona de reacción operada hidráulicamente, es aconsejable emplear una evaporación flash que comprenda dos o más etapas. Esto detiene la caída de la temperatura de la mezcla de reacción por debajo de la temperatura de la masa fundida de polímero durante la vaporización adiabática. Para ello se calienta la mezcla de concentrado y lactama como se describió más arriba y se la hace pasar a la primera zona de reacción, que contiene los gránulos de catalizador y en donde la mezcla se calienta adicionalmente como resultado de la reacción. Preferentemente, se elige nuevamente la presión de modo que la mezcla de reacción se encuentre presente como una fase líquida simple.

La mezcla de reacción presurizada se expande

subsiguientemente en forma adiabática en una primera zona de separación, encontrándose la presión en esta zona de separación en el rango de 1 a 20 bar, preferentemente de 6 a 15 bar y más preferentemente de 8 a 12 bar. El proceso de expansión es acompañado por una evaporación flash por la cual parte del agua en el polímero es liberada utilizando la entalpía y el calor de reacción almacenados previamente. El tiempo de permanencia en la primera zona de evaporación se elige generalmente en el rango de 5 a 60 minutos, preferentemente de 20 a 30 minutos. La mezcla presurizada es pasada luego a través de otro intercambiador de calor a un reactor adicional y calentada a temperaturas en el rango de 220 a 310°C, preferentemente de 230°C a 290°C, más preferentemente aún de 235 a 260°C, en unos pocos minutos. La presión en este reactor, el cual de acuerdo con la invención puede contener igualmente catalizadores heterogéneos, es fijada de nuevo preferentemente de modo que la mezcla de reacción forme una fase líquida simple, encontrándose la presión generalmente en un rango de 1 a 20 bar, preferentemente de 6 a 20 bar, más preferentemente de 12 a 18 bar. La mezcla de reacción se expande luego nuevamente en forma adiabática a una segunda zona de separación. La presión en la segunda zona de separación se elige en el rango de 10 a 1300 mbar. Este procedimiento de recalentar la mezcla de reacción seguido de una evaporación flash puede repetirse

de ser necesario. La cantidad de agua evaporada en las diversas zonas de separación y la consiguiente reducción de temperatura puede controlarse específicamente a través de la presión particular establecida.

Las lactamas útiles incluyen, por ejemplo, caprolactama, enantolactama, caprillactama y laurillactama y también mezclas de las mismas, preferentemente caprolactama.

Otras unidades de monómeros útiles incluyen, por ejemplo, ácidos dicarboxílicos, tales como ácidos alcanodicarboxílicos de 6 a 12 átomos de carbono, especialmente de 6 a 10 átomos de carbono, tales como ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido acelaico o ácido sebásico, y también ácido tereftálico y ácido isoftálico, diaminas, tales como alquilendiaminas C_4-C_{12} , especialmente de 4 a 8 átomos de carbono, tales como hexametilendiamina, tetrametilendiamina u octametilendiamina, también m-xililendiamina, bis(4-aminofenil)metano, bis(aminofenil)-2,2-propano o bis(4-aminociclohexil)metano y también mezclas de ácidos dicarboxílicos y diaminas, ventajosamente en una relación equivalente, tales como adipato de hexametilendiamonio, tereftalato de hexametilendiamonio, en cantidades que oscilan entre 0 y 60, preferentemente entre 10 y 50, % en peso, basado en la cantidad total de monómeros. La policaprolactama y las poliamidas polimerizadas a partir de la caprolactama,

hexametilendiamina y también el ácido adípico, ácido isoftálico y/o ácido tereftálico han alcanzado un significado industrial importante.

Una forma de realización preferida utiliza caprolactama y adipato de hexametilendiamonio ("sal 66"), usándose la sal 66 en forma de una solución acuosa. La relación molar entre la caprolactama y la sal 66 se encuentra comúnmente en el rango de 99,95:0,05 a 80:20, preferentemente de 95:5 a 85:15.

Como aditivos y rellenos comunes podrán usarse pigmentos, tales como dióxido de titanio, dióxido de silicio o talco, reguladores de cadena, tales como ácidos carboxílicos y dicarboxílicos alifáticos y aromáticos, tales como ácido propiónico o ácido tereftálico, estabilizantes, tales como haluros de cobre(I) y haluros de metales alcalinos, agentes nucleantes, tales como silicato de magnesio o nitruro de boro, catalizadores homogéneos, tales como ácido fosforoso, y también antioxidantes en cantidades que oscilan entre 0 y 5% en peso, preferentemente entre 0,05 y 1% en peso, basado en la cantidad total de monómeros. Los aditivos son agregados generalmente antes de la pelletización y antes, durante o después, preferentemente después de la polimerización. Se prefiere particularmente agregar los aditivos a la mezcla de reacción sólo después de que la misma haya pasado a través de las zonas de reacción que contienen los catalizadores heterogéneos.

El polímero obtenido de acuerdo con la invención puede ser procesado luego de acuerdo con procedimientos comunes, por ejemplo, convertido en una pieza de forma de un modo convencional por extrusión de la masa fundida en forma de perfiles que son enfriados bruscamente en un baño de agua y luego pelletizados. Los pellets pueden ser extraídos entonces convencionalmente y convertidos subsiguientemente o simultáneamente en polilactama de alto peso molecular. La extracción puede realizarse, por ejemplo, con agua o solución de caprolactama acuosa. Otra posibilidad es la extracción en fase gaseosa como se describió, por ejemplo, en la EP-A-0 284 968. El número de viscosidad deseado para el producto final se encuentra generalmente en el rango de 120 a 350 ml/g. Puede ser fijado de una manera convencional.

Los ejemplos a continuación ilustran el procedimiento de la invención. A menos que se indique lo contrario, todas las cantidades y porcentajes mencionados aquí son en peso.

Ejemplos

Se extrae contra la corriente, con agua caliente, un pellet de nilón-6 no extraído. El licor de extracción al 10% resultante, se concentra a un contenido de sustancias orgánicas e inorgánicas de 80% a 108°C en un evaporador de una sola etapa. La fracción de extracción libre de agua del licor contiene 79,1% de monómero de caprolactama, 5,7% de dímero de caprolactama y 3,8% de trímero de caprolactama.

El licor de concentrado de agua de extracción al 80%, concentrado en caliente es bombeado luego a un recipiente mezclador calefaccionado y mezclado allí mismo con lactama virgen. La mezcla de reacción obtenida contiene 2,0% de agua y es polimerizada continuamente en el aparato de la miniplanta descripta más abajo.

La mezcla de concentrado caprolactama/agua de extracción es bombeada a un caudal de 0,5 kg/h hacia un intercambiador de calor calefaccionado y calentada allí a la temperatura deseada en aprox. 10 minutos. El lado de presión de la bomba de alimentación es fijado en aprox. 10 bar para asegurar que el sistema de reacción forma una fase simple. La mezcla de reacción calentada es bombeada subsiguientemente a través de un tubo cilíndrico calefaccionado, el pre-reactor, que tiene un diámetro interior de 12 mm y una longitud de 1000 mm. El tubo es relleno con pellets de catalizador preparados a partir de dióxido de titanio de Finnti, tipo S150, y teniendo un diámetro de 4 mm y una longitud en el rango de 5 a 20 mm. El dióxido de titanio se encuentra presente en la forma anatasa y es sostenido por tamices en el tubo de reacción y separado de la corriente de salida de producto. El tiempo de permanencia en el tubo es de 1,2 horas. La mezcla de reacción, que está bajo una presión de aprox. 10 bar se expande continuamente en el extremo del tubo mediante una válvula de control a un recipiente separador cilíndrico

calefaccionado y a una presión absoluta de 2,5 bar. La mezcla de reacción forma dos fases en el proceso, de modo que el agua que contiene puede evaporarse. La temperatura de la masa fundida de polímero cae a 245°C. Después de 3 horas de permanencia en el recipiente separador, que también sirve como zona de post-reacción, el polímero es bombeado continuamente, mediante una bomba para masa fundida desde la región de la base del reactor posterior a través de una matriz a un baño de agua en forma de perfiles de masa fundida que son solidificados en el baño de agua, pelletizados y extraídos con agua caliente.

Para la extracción se agitan 100 partes en peso de nilón 6 con 400 partes en peso de agua completamente libre de hierro a 100°C durante 32 horas bajo reflujo, y luego de haber eliminado el agua, se secan bajo condiciones moderadas, es decir, sin riesgo de postcondensación, a 100°C bajo presión reducida durante 20 horas. La viscosidad relativa (RV) de la poliamida extraída es determinada en una solución de 1,0% en peso en 96% en peso de ácido sulfúrico a 25°C por medio de un viscosímetro Ubbelohde.

El contenido de dímeros del polímero es determinado por análisis HPLC del extracto.

Ejemplos Comparativos

En los ejemplos comparativos, el pellet de dióxido de titanio en el reactor cilíndrico es reemplazado con anillos

de Raschig de 6 mm de diámetro y la mezcla de reacción es polimerizada en forma similar a la descripción anterior.

Los contenidos de extraíbles y dímeros de los productos obtenidos en los ejemplos comparativos y de la invención y las viscosidades relativas de las muestras extraídas se indican en las Tablas 1, 2 y 3 junto con las temperaturas correspondientes en el pre-reactor.

Los resultados en la Tabla 1 muestran que los productos obtenidos de acuerdo con la invención en presencia del catalizador tienen viscosidades mucho más altas que las de los polímeros de los ejemplos comparativos para todas las temperaturas del pre-reactor y especialmente a temperaturas menores de 230°C.

Como muestran los resultados de la Tabla 2, el contenido de extraíbles de polímeros no obtenidos catalíticamente aumenta muy fuertemente debajo de una temperatura del pre-reactor de 230°C y se encuentra claramente por encima de los contenidos de extraíbles de las poliamidas producidas de acuerdo con la invención. Valores de extraíbles elevados significan que la conversión de monómeros es inadecuada, que el costo de la extracción aumenta y que la producción de la poliamida es comparativamente antieconómica.

La producción de poliamida que es económica en comparación con la técnica anterior es posible así a temperaturas bajas sólo si se hace reaccionar la caprolactama

en presencia del catalizador de acuerdo con la invención.
Como lo muestran los resultados en la Tabla 3, a bajas temperaturas de reacción en el pre-reactor debajo de 230°C, el contenido de dímeros es claramente menor que a temperaturas iguales a, o mayores de, 240°C.

Tabla 1 - Viscosidades de poliamidas producidas en presencia del catalizador de dióxido de titanio de acuerdo con la invención.

Temp. del pre-reactor (°C)	Viscosidad relativa	
	Ejemplos de la invención	Ejemplos Comparativos
190	1,97	1,71
200	1,97	1,78
210	2,01	1,84
220	2,02	1,91
230	2,00	1,99
240	2,06	2,03

undados.

Tabla 2 - Contenidos de extraíbles de las poliamidas producidas en presencia del catalizador de dióxido de titanio de acuerdo con la invención.

Temp. del pre-reactor (°C)	Contenido de extraíbles (%)	
	Ejemplos de la invención	Ejemplos Comparativos
190	11,83	29,33
200	11,47	23,63
210	11,37	19,83
220	10,83	14,03
230	10,77	11,20
240	10,40	10,60

conversión de monómeros
inadecuada

Tabla 3 - Contenidos de dímeros de poliamidas producidas en presencia del catalizador de dióxido de titanio de acuerdo con la invención.

Temp. del pre-reactor (°C)	Contenido de dímeros (%)
	Ejemplos
190	0,60
200	0,64
210	0,74
220	0,77
230	0,85
240	0,86

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir poliamidas haciendo reaccionar por lo menos una lactama y opcionalmente otros monómeros formadores de poliamida con extractos de oligómeros y monómeros acuosos obtenidos durante la extracción con agua del producto de polímero obtenido en la producción de poliamidas, encontrándose el contenido de agua de la mezcla de reacción en el rango de 0,5 a 13% en peso, que comprende realizar la reacción en presencia de óxidos de metal, beta-zeolitas, silicatos estratificados, o geles de sílice, que pueden estar impurificados, como catalizadores heterogéneos, utilizándose los catalizadores heterogéneos de una manera que permita la remoción mecánica de la mezcla de reacción, y que son removidos de la mezcla de reacción durante la polimerización o después que ha finalizado.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque los catalizadores heterogéneos se usan en forma de gránulos, extrudados, lechos fijos o materiales interiores o rellenos recubiertos con catalizador.
3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque los catalizadores de óxidos de metal son seleccionados entre el grupo compuesto por óxido de zirconio, óxido de aluminio, óxido de magnesio, óxido de cerio, óxido de lantano, óxido de titanio, beta-zeolitas y silicatos estratificados.

4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado porque el catalizador de óxidos de metal usado es óxido de titanio, en una proporción no menor de 70% en peso en la forma anatasa.
5. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la polimerización es realizada en por lo menos 2 etapas, realizándose la primera etapa bajo una presión elevada a la cual la mezcla de reacción, con la excepción del catalizador heterogéneo, se encuentra presente en forma de una fase líquida simple y realizándose la segunda etapa bajo una presión en el rango de 0,1 mbar a 1,5 bar para la postcondensación, estando presente el catalizador heterogéneo en la primera etapa o en ambas etapas.
6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado porque la reacción en la primera etapa se realiza entre 170°C y 310°C y entre 5 y 40 bar.
7. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5 o 6, caracterizado porque en la segunda etapa se realiza una descompresión adiabática para descargar agua y cualquier monómero u oligómero de lactama por evaporación flash.
8. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la lactama usada es caprolactama.

RESUMEN

Un procedimiento para producir poliamidas haciendo reaccionar por lo menos una lactama y opcionalmente otros monómeros formadores de poliamida con extractos de oligómeros y monómeros acuosos obtenidos durante la extracción con agua del producto de polímero obtenido en la producción de poliamidas, encontrándose el contenido de agua de la mezcla de reacción en el rango de 0,5 a 13% en peso, que comprende realizar la reacción en presencia de óxidos de metal, beta-zeolitas, silicatos estratificados, geles de sílice, que pueden estar impurificados, como catalizadores heterogéneos, utilizándose los catalizadores heterogéneos de una manera que permita la remoción mecánica de la mezcla de reacción, y que son removidos de la mezcla de reacción durante la polimerización o después que ha finalizado.

CAVELIER
ABOGADOS
ED. JO SISKI
CARRERA 4ª N° 72-35
BOGOTÁ, 8 COLOMBIA

REPRESENTACION Y PODER

Yo (nosotros), abajo firmado (s)
BASF Aktiengesellschaft
.....
domiciliado(s) en Ludwigshafen, República
Federal de Alemania

por el presente nombramos a GERMAN CAVELIER, tpa. 832; GONZALO PERDOMO, tpa. 831; ERNESTO CAVELIER, tpa. 11519; y EMILIO FERRERO, tpa. 31929; domiciliados en la Carrera 4ª N° 72-35, Bogotá, Colombia, en obediencia a lo dispuesto en el párrafo 1º del Artículo 543 del Código de Comercio, el primero como principal y los demás como suplentes, en su orden, como nuestros representantes en todos los asuntos de propiedad industrial con facultad para recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales o extrajudiciales. El primer representante suplente reemplazará al principal en caso de ausencia o impedimento temporal o definitivo de aquél. La misma regla se aplicará cuando el segundo representante suplente haya de reemplazar al primero, o el tercero al segundo. En tales casos, el representante principal, o el primero, o segundo suplente, en su caso, o ambos, declararán su intención de no ejercer la representación mediante declaración autenticada por Notario Público en Colombia, o por Notario u otro Funcionario Público, o Cónsul de Colombia, en el extranjero; y si se tratare de impedimento, con el certificado respectivo. Si alguno de los nombrados faltare definitivamente, el siguiente tomará su lugar. Cuando cesare la ausencia o impedimento del representante principal, o de su primero o segundo suplente, en su caso, podrán ejercer la representación, en su orden, uno u otros según el caso, asumiéndola por el solo hecho de ejercerla, cesando en ese momento el ejercicio de la representación por el primero, segundo o tercer suplente en su caso. Además, y bajo las mismas reglas, conferimos poder a los abogados arriba nombrados, para obtener la protección de mi (nuestra) propiedad industrial y contra la competencia desleal, a cuyo efecto autorizo(amos) a los dichos apoderados para que me(nos) representen ante cualesquiera entidades o personas, ejerzan o no jurisdicción, especialmente ante las del orden administrativo, contencioso-administrativo y judicial, en todo lo concerniente a los siguientes asuntos: a) Obtención de patentes de invención, modelos y dibujos industriales; el registro de marcas de fábrica, colectivas, defensivas y de servicios; el depósito de nombres comerciales y enseñas; su renovación, traspaso, cambio de nombre o domicilio, cancelación voluntaria; y el registro de licencias de uso de esos derechos; b) Las acciones de oposición, cancelación, nulidad, medidas cautelares, concesión de licencias y en general los juicios civiles, penales, administrativos o contencioso-administrativos relacionados con estos derechos; acciones y juicios que promovamos o se nos promuevan. Y para que en todos los asuntos arriba determinados, puedan sustituir este mandato, transigir, desistir, cancelar, recibir, renunciar, y ratificar los actos hechos por agentes oficiosos.

Dado y firmado hoy 17 de marzo de 1989
en D-6700 Ludwigshafen

BASF Aktiengesellschaft

Firma
ppa. Welzel

(Für Patente, Modelle und Zeichnungen; Warenzeichen und Servicezeichen; Handelsnamen-und-zeichen).

VERTRETUNG UND VOLLMACHT

Ich (wir) unten Unterzeichnender (de)
BASF Aktiengesellschaft
.....
wohnhaft in Ludwigshafen, Republica Federal
de Alemania

verleihen durch dieses Schreiben an GERMAN CAVELIER, tpa. 832; GONZALO PERDOMO, tpa. 831; ERNESTO CAVELIER, tpa. 11519; und EMILIO FERRERO, tpa. 31929; wohnhaft in der Carrera 4ª N° 72-35, Bogotá, Kolumbien, um die Verfügung des Absatzes 1 im Artikel 543 des Handelsgesetzbuch zu beachten, der erste als Hauptvertreter und die übrigen als Stellvertreter, beziehungsweise, als unsere Vertreter in allen was sich auf das industrielle Eigentum bezieht, berechtigt Meldungen zu empfangen und gerichtliche und aussergerichtliche Bevollmächtigte zu ernennen. Der erste Stellvertreter wird den Hauptvertreter ersetzen wegen zeitweiligen oder definitiven Abwesenheit oder Hindernisses des ersten. Dieselbe Regel wird angewandt werden wenn der zweite Stellvertreter den ersten ersetzen muss, oder der dritte den zweiten. In solchen Fälle der Hauptvertreter, oder der erste oder der zweite Stellvertreter, beziehungsweise, oder beide, werden ihre Absicht aussprechen um nicht die Vertretung auszuüben mittelst Aussage notariell beglaubigt in Kolumbien, oder vor Notar oder vor einem anderen öffentlichen Beamter, oder Kolumbianischen Konsul im Auslande; und wenn es ein Hinderniss sei, mittels der betreffenden Beglaubigung. Wenn einer der Gennanten immerfort abwesend wäre, der Folgende wird ihn ersetzen. Im Falle dass die Abwesenheit oder das Hindernis des Hauptvertreters, oder diejenigen seines ersten, zweiten oder dritten Vertreters, beziehungsweise, beendeten, einer oder anderen, ordnungsweise werden die Vertretung ausüben und sie zu sich nehmen nur auf Grund sie auszuüben, mit Aufhören zur Zeit der Ausübung der Vertretung durch den ersten, den zweiten oder den dritten Stellvertreter beziehungsweise.

Ausserdem, und unter dieselben Regeln, wir verleihen den genannten Rechtsanwaelte die Vollmacht, und um den Schutz meines (unseres) industriellen Eigentum zu erhalten, und gegen den unlauteren Wettbewerb; zu diesem Zweck ich (wir) die genannten Bevollmächtigten ernenne(n), damit sie uns vor beliebigen Institutionen oder Personen, die die Rechtssprechung ausüben oder nicht, vor allem vor denen mit Verwaltungs, streitigem Verwaltungs, und juristischem Charakter, in allen was sich auf folgende Angelegenheiten bezieht, zu vertreten: a) Erlangung von Patenten, Modellen und Zeichnungen; Registrierung von Waren-, Sammel-Defensive- und Service-zeichen; Aufbewahrung von Handelsnamen- und zeichen; ihre Erneuerung und Übertragung, Names und Wohnsitzänderung, freiwillige Annulierung und die Registrierung von Vertragslizenzen; b) Die Oppositionsklagen, Annulierung, Ungültigkeit, Vorsichtsmassnahmen, Lizenzen und im allgemeinen die Zivil-, Straf-, Verwaltungs- oder streitigen Verwaltungsprozesse, die mit diesen Rechten verbunden sind, Aktionen und Verhandlungen, die wir vorantreiben oder die man uns vorantreibt und; c) damit sie in allen oben bestimmten Angelegenheiten dieses Mandat ersetzen, regeln, davon Abstand nehmen, annullieren, empfangen, verzichten; Meldungen annehmen und gerichtliche und aussergerichtliche Bevollmächtigte ernennen, und die Handlungen der kolumbianischen Vertreter bestätigen.

Unterzeichnet heute am 17. März 1989
in D-6700 Ludwigshafen

Unterschrift
ppa. Richters



U.R.Nr. 1407/89

Ich beglaubige hiermit die Echtheit der vorstehenden, eigenhändig vor mir vollzogenen Unterschriften der für die Firma BASF Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein handelnden Herren:

1. Dr. Gunther W e l z e l , Chemiker in Ludwigshafen am Rhein,
2. Dr. Peter R i c h t e r s , Chemiker in Ludwigshafen am Rhein.

Die Herren Dr. Welzel und Dr. Richters sind mir persönlich bekannt.

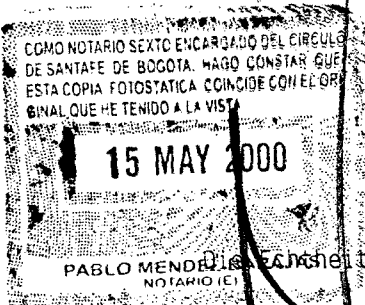
Aufgrund heutiger Einsichtnahme in das Handelsregister beim Amtsgericht Ludwigshafen am Rhein HR B 3000 bescheinige ich, daß die Herren Dr. Welzel und Dr. Richters als Prokuristen gemeinschaftlich zur Vertretung und Zeichnung der Firma BASF Aktiengesellschaft mit dem Sitz in Ludwigshafen am Rhein berechtigt sind.

Ludwigshafen am Rhein, den 17. März 1989



Th. Walter

als amtsgerichtlicher Vertreter
des Notars Dr. Justizrat Dr. Kohler

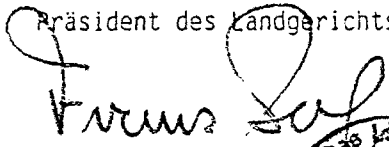


Die Echtheit vorstehender Unterschrift des Notarassessors
Thomas Walter

als amtlich bestellter Vertreter des Notars Justizrat Dr. Kohler in Ludwigshafen am Rhein und die Echtheit des beigedruckten Dienststempels werden hiermit bestätigt. Zugleich wird bescheinigt, daß der Vorgeannte zur Vornahme der Amtshandlung befugt war.

Frankenthal (Pfalz), den einundzwanzigsten März neunzehnhundert-neunundachtzig

Präsident des Landgerichts



(Franz Serfas)



Kostenvermerk: Gebühr 20,-- DM



LUZ KÖRNER
17.03.89
7.03.89
Kassieren i. d. Not. Kasse

El suscrito Cónsul General de Colombia en Frankfurt
am Main, República Federal de Alemania, vistos los
documentos presentados por los interesados,

C E R T I F I C A:

Que el señor Thomas Walter-----
quien como Notario en Ludwigshafen am Rhein-----
autenticó la(s) firma(s) del(os) signatario(s) del
Poder precedente, ejercía las funciones indicadas y
su firma corresponde a la registrada ante el Tribunal Re-
gional de Frankenthal (Pfalz)-----
que la compañía BASF Aktiengesellschaft-----
es una sociedad constituida de acuerdo con las leyes
de la República Federal de Alemania y cumple su objeto
conforme a las mismas; que el(los) señor(es) Dr. Gunther
WELZEL y el Dr. Peter RICHTERS-----
quien(es) en sus carácter(es) de apoderados-----
----- y cuya(s) firma(s) fué
(fueron) autenticada(s) ante el Notario Thomas Walter----

te(s) legal(es) en este país.

El Cónsul General no asume responsabilidad por el con-
tenido del documento.

Esta Certificación se expide en Frankfurt am Main,
el seis de Abril de mil novecientos ochenta y nueve.

Frankfurt a. M 06 APR 1989

PAGADO IMPUESTO DE TIMBRE

Son \$ US. 6.- de los E. E. U. U.



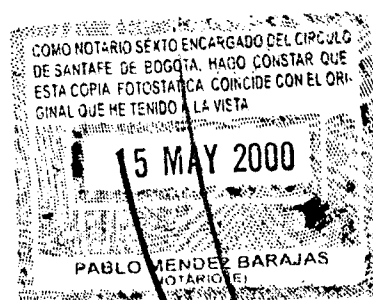
No - 0077

Martha Niño de Staud
Martha Niño de Staud
Cónsul General de Colombia

MINISTERIO DE RELACIONES EXTERIORES
LEGALIZACIONES
Bogotá 12 de ABR. 2000 No. 85061
Visto
Cartera Min
Cuyo texto es el del documento
documentado, el cual se ha
hecho

ACUÑA
Jefe de Oficina General

COMO NOTARIO SEXTO ENCARGADO DEL CIRCULO
DE SANTAFE DE BOGOTA, HAGO CONSTAR QUE
ESTA COPIA FOTOSTATICA COINCIDE CON EL ORI-
GINAL QUE HE TENIDO A LA VISTA
15 MAY 2000
PABLO MENDEZ BERAJAS
NOTARIO (E)



Die konsularische Legalisierung ist notwendig.

NOTA PARA EL SEÑOR CONSUL COLOMBIANO: Según los artículos 65 del C. de P. C. y 480 del C. de Co., si el poderdante es una sociedad, el señor Cónsul debe certificar que tuvo a la vista las pruebas de su existencia, que ejerce su objeto social, que quien confiere el poder es su representante y puede otorgar poder, seguidamente autenticar la firma de éste.

El Presidente del Tribunal Regional

Fdn.: firma ilegible (sello redondo:)

(Franz Serfas)

El Presidente del Tribunal Regional
de Frankenthal (Pfalz)

Nota: Derrechos 20,-- DM

EN ESPAÑOL: La legalización de las firmas anteriores por el
Consulado de General de Colombia en Frankfurt, bajo el No.
0077 (Certificación consular) del 6 de abril de 1989 y del
Ministerio de Relaciones Exteriores de Colombia bajo el No.
85061 del 24 de abril de 1989.

Pagado impuesto de timbre US\$ 6,00

ES TRADUCCION FIEL Y COMPLETA, de la cual se deja copia en
los archivos de estas oficinas para su confrontación.

Bogotá, 26 de abril de 1989

LUZ ARRIAGA DE HERBEN
TRADUCTORA E INTERPRETE OFICIAL

Registación No. 599 M. Justicia

COLOMBIA
BOGOTÁ, D.C.
MAYO 1989

Luz Arriaga de Herben

05 AGO. 1999

SANTAFÉ DE BOGOTÁ

NOTARIA SEXTO
PABLO MENDEZ
BARAJAS
Sexto Encargado

COMO NOTARIO SEXTO ENCARGADO DEL CIRCULO
DE SANTIAGO DE BOGOTA, HAY QUE CONSTAR QUE
ESTA COPIA FOTOSTATICA COINCIDE CON EL ORI-
GINAL QUE HE TENIDO A LA VISTA

15 MAY 2000

PABLO MENDEZ BARAJAS
NOTARIO

MINISTERIO DE RELACIONES EXTERIORES

LEGALIZACIONES

Bogotá 28 FEB 1999 No. 89045

MADE EDNOTER

Que el señor
LUZ DE HEREDIA
cuya firma aparece al pie del presente
documento, desempeña en una fecha
las funciones del notario.

En testimonio de lo cual, en la ciudad de Bogotá, a los 28 días del mes de febrero de 1999, yo, el Notario, PABLO MENDEZ BARAJAS, he expedido la presente legalización en dos ejemplares, uno de los cuales queda en mi poder y el otro se entrega al interesado.

PABLO MENDEZ BARAJAS
NOTARIO

TRADUCCIÓN OFICIAL NO. 2056

de un documento escrito en Alemán, el cual para su identificación se sella con el sello de la traductora, lo mismo que la presente.-

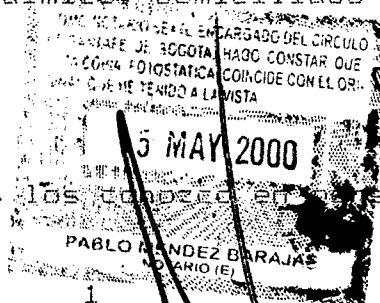
(A continuación del poder conferido a GERMAN CAVELIER, GONZALO PERDOMO, ERNESTO CAVELIER y EMILIO FERRERO, domiciliados en la Cra. 4 No. 72-35, Bogotá, el 17 de marzo de 1989, por la sociedad BASF Aktiengesellschaft, domiciliada en Ludwigshafen, RFA:)

Protocolo notarial No. 1407/89

Certifico la autenticidad de las firmas anteriores puestas ante mí, por los señores:

1. Dr. Gunther W e l z e l , químico, domiciliado en Ludwigshafen am Rhein,
2. Dr. Peter R i c h t e r s , químico, domiciliado en Ludwigshafen am Rhein.

A los doctores Welzel y Richters los conozco en persona.



Certifico, por haber tenido a la vista el registro de comercio HR B 3000, del juzgado de Ludwigshafen, que los doctores Wlzel y Richters, en su calidad de apoderados, están facultados para representar conjuntamente y firmar por la sociedad BASF Aktiengesellschaft, con sede en Ludwigshafen.

Ludwigshafen am Rhein, 17 de marzo de 1989

(sello redondo:)

Dr. Siegfried Kohler

Fdo.: firma ilegible

Notario de Ludwigshafen

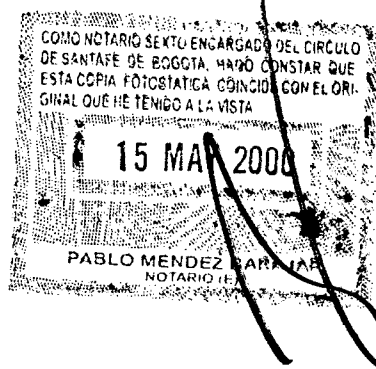
Th. Walter

Asesor del notario como representante oficialmente designado del notario Dr. Siegfried Kohler

Se certifica la autenticidad de la firma anterior del asesor del notario, consejero de justicia Dr. Kohler, domiciliado en Ludwigshafen am Rhein, y la del sello oficial que la acompaña. Al mismo tiempo se certifica que el mencionado notario estaba facultado para realizar ese acto oficial.

Frankenthal (Pfalz), veintiuno de marzo de mil novecientos ochenta y nueve

2



LUZ ARRANGA DE HECHOS
RESOLUCION FOTOSTATICA
15 MAR 2000

881051599954

 impuestos nacionales		DECLARACION Y PAGO DEL IMPUESTO D		16 013 01 000045 1	
		TIMBR		16 013 01 000045 1	
		NACIONAL			
① Administración de Impuestos de:		Código		② Teléfono	
BOGOTA		03		2120100	
③ Documento de identificación (marque X)		④ Apellidos y Nombres o Razón Social de las partes (máximo 60 caracteres).			
C.C. ó T.I. ☐ NIT. ☒ No. 860041367 D.V. 3		CAVELIER ABOGADOS			
⑤		⑥ Apellidos y Nombres o Razón Social de las partes (máximo 60 caracteres).			
C.C. ó T.I. ☐ ☒ NIT. ☐ No. 19' 301.629 D.V.		FORERO ROCHA JAIME			
⑦ Dirección (de la persona o entidad identificada en la casilla 4)		Municipio		Departamento	
Cra. 4a. No. 72-35		BOGOTA		CUNDINAMARCA	
⑧ Número documentos timbrados.				1	
⑨ Relación el(los) tipo(s) de documento(s), indicando número, fecha, valor y naturaleza de la transacción					
TIMBRE TRADUCCION OFICIAL No. 2056 DE ABRIL 26 DE 1989					
PAGO DERECHOS TRADUCCION DE UN PODER					
COLO 0361-52-218-8					

FIRMA	Responsable del pago	1 VALOR DEL IMPUESTO A PAGAR		VP	750
		2 Sanciones		VS	-0-
①	Nombre	3 Intereses de mora		IM	-0-
	C.C. No. 19' 301.629	4 TOTAL A PAGAR (renglones 1 + 2 + 3)		TP	750
		Efectivo ☒ Cheque ☐ No. -0- -0-		Código Banco	

COMO NOTARIO SE TIENE ENCARGADO DEL CIRCULO DE SANTA FE DE BOGOTA. HAGO CONSTAR QUE ESTA COPIA FOTOSTATICA COINCIDE CON EL ORIGINAL QUE HE TENIDO A LA VISTA

15 MAY 2000

PABLO MENDEZ BARAJA
NOTARIO (E)

CONTRIBUYENTE

34

CAVELIER

ABOGADOS

EDIFICIO SISKI

CARRERA 4ª, No. 72-35

BOGOTA 8, COLOMBIA

TELEFAX (57) (1) 2.68850

TELEX: 45429 CAVE.CO

(23)7407375 CAVE UC

CORREO ELECTRONICO MUNDIAL: CAVE

TELEFONO (57) (1) 2120100

CABLES: CAVELEYES

Señor Jefe de la
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
Superintendencia de Industria y Comercio
E. S. D.

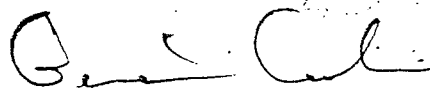
Poderdante: BASF AKTIENGESELLSCHAFT

Poder conferido el: 17-03-89

Yo, GERMAN CAVELIER, obrando en mi calidad de apoderado principal del poderdante arriba mencionado, atentamente manifiesto a Usted que sustituyo el poder conferido en el doctor EMILIO FERRERO, Abogado con Tarjeta Profesional No. 31.929, con todas las facultades que me fueron conferidas.

Hago la anterior sustitución conforme al artículo 66 del Código de Procedimiento Civil ya que los otros sustitutos faltan en este momento.

Señor Jefe,



GERMAN CAVELIER.

T.P.A. No. 832

C.C. No. 2.877.924 de Bogotá

Acepto:



EMILIO FERRERO

T.P.A. No. 31.929

C.C. No. 438.019 de Bogotá

CONY NOTARIO SEXTO ENCARGADO DEL CIRCULO
DE NOTARIES BOGOTA SIN CONSTAR QUE
ESTA COPIA FOTOSTATICA COINCIDE CON EL ORI-
GINAL QUE HE TENIDO A LA VISTA

5 MAY 2000

PABLO MENDEZ BARAJAS
NOTARIO (E)

2e-780-2

Retenido
de 136
Notario
2

DILIGENCIA DE AUTENTICACION DE FIRMA
CON PRESENTACION PERSONAL

(Art. 1ro. del Decreto 2782 de 1989)

Ante el Notario Cincuenta (50) del Circulo de Santafé de Bogotá, compareció, el Doctor Emilio Ferrer

quien exhibió la cédula de ciudadanía número 428.918
expedida en VAJUGU y la tarjeta profesional
número 31.924 del Ministerio de Justicia, con
el presente documento dirigido a: D. P. MUÑOZ (ASACIEN)
y declaró que la firma que aparece en él es suya.

FIRMA AUTOGRAFA DEL DECLARANTE

- 6 OCT. 1993

Santafé de Bogotá, D. C.

AUTORIZO LA ANTERIOR



DILIGENCIA DE AUTENTICACION DE FIRMA
CON PRESENTACION PERSONAL

(Art. 1ro. del Decreto 2782 de 1989)

Ante el Notario Cincuenta (50) del Circulo de Santafé de Bogotá, compareció, el Doctor Germán

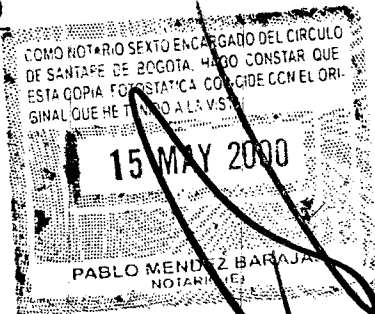
Davies
quien exhibió la cédula de ciudadanía número 2872924
expedida en Bte y la tarjeta profesional
número 632 del Ministerio de Justicia, con

el presente documento dirigido a: División Nuevas Creaciones
y declaró que la firma que aparece en él es suya.

FIRMA AUTOGRAFA DEL DECLARANTE

Santafé de Bogotá, D. C. 01 OCT. 1993

AUTORIZO LA ANTERIOR



 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		EXTRACTO PARA PUBLICACION SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION	
(21) No.SOLICITUD:		(51) INT.CL:	C08G 06900
(22) FECHA DE PRESENTACIÓN:		(71) SOLICITANTE:	BASF AKTIENGESELLCHAFT
(30) PRIORIDAD:	SI		
(31) No.DE SOLICITUD:	19925906.2	(72) INVENTOR(ES):	1- Dr. Ralf MOHR SCHLADT 2- Dr. Volker HILDEBRANDT 3- Dr. Alfons LUDWIG
(32) FECHA DE PRESENTACIÓN:	07 - VI - 1999		
(33) PAÍS:	DE.	(74) APODERADO:	EMILIO FERRERO
(54) TÍTULO:	PRODUCCION DE POLIAMIDAS A PARTIR DE EXTRACTOS DE POLIAMIDAS Y LACTAMAS		

(57) RESUMEN: REIVINDICACION:

- Un procedimiento para producir poliamidas haciendo reaccionar por lo menos una lactama y opcionalmente otros monómeros formadores de poliamida con extractos de oligómeros y monómeros acuosos obtenidos durante la extracción con agua del producto de polímero obtenido en la producción de poliamidas, encontrándose el contenido de agua de la mezcla de reacción en el rango de 0,5 a 13% en peso, que comprende realizar la reacción en presencia de óxidos de metal, betazeolitas, silicatos estratificados, o geles de sílice, que pueden estar impurificados, como catalizadores heterogéneos, utilizándose los catalizadores heterogéneos de una manera que permita la remoción mecánica de la mezcla de reacción, y que son removidos de la mezcla de reacción durante la polimerización o después que ha finalizado.

NOTA: FAVOR NO PUBLICAR ANTES DE LOS 18 MESES A PARTIR DE LA FECHA DE PRESENTACIÓN DE LA SOLICITUD.

98
36

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicacion : 00041903 00000000 Folios: 38
Fecha (AMD): 2000-06-06 16:54:14
Tramite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

NIT : 800170009 2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 31,660
FECHA : MAYO 22 DE 2000

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	SUCURSAL	CUENTA	No. PAGO	Vr. PAGO
CANELIER ABOGADOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	BOGOTA	050-00024 9	010468	22,152,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	
	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	608,000.00
	TOTAL :	608,000.00

CON: SEISCIENTOS OCHO MIL PESOS

RESPONSABLE : _____



RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

Cob: 20361-801-180 2.



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

REQUISITOS MINIMOS PARA A

Radicacion : 00041903 00000000

Folios: 38

Fecha (AMD): 2000-06-06 16:54:14

Tramite : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC

Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

PATENTE DE INVENCION []

MODELO DE UTILIDAD []

- Nombre e identificación del Solicitante
- Nombre e identificación del Inventor
- Título o nombre de la Invención
- Descripción
- Reivindicaciones 24
- Resumen 26
- Comprobante de Pago 38

[]
[]
[]
[]
[]
[]
[]

COMPLETA []

INCOMPLETA []

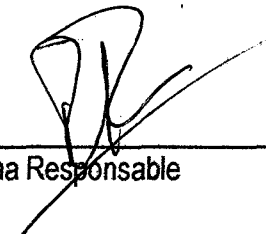
DISEÑO INDUSTRIAL []

- Nombre e identificación del peticionario
- Nombre e identificación del inventor o diseñador
- Indicación del género de productos para los cuales debe utilizarse
- Representación gráfica
- Comprobante de pago

[]
[]
[]
[]
[]

COMPLETA []

INCOMPLETA []


Firma Responsable

Fecha: _____

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
PRIMER EXAMEN DE FORMA

2000-06-07

430

EXPEDIENTE 00-41903

Practicado el examen jurídico de acuerdo con lo establecido en el art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de **Patente de Invención**:

SI ☒ NO ☐ **NO APLICABLE** ☐ Presentó los poderes necesarios en forma correcta (Decisión 344, art. 14-a).

SI ☒ NO ☐ **NO APLICABLE** ☐ Acreditó, en forma correcta, la existencia y representación de la persona jurídica solicitante (art. 14-c de la Decisión 344; literal g) del art. 4 del Decreto 117/94).

SI ☒ NO ☐ **NO APLICABLE** ☐ Presentó, en forma correcta, el comprobante de pago por la tasa de presentación establecida (art. 13-f de la Decisión 344 y la Resolución 002 del 4 de Enero del 2000).

SI ☒ NO ☐ **EXTEMPORANEAMENTE** ☐ Reivindicó prioridad, dentro del plazo y de acuerdo con lo previsto en el Artículo 4 del Convenio de París.

SI ☐ NO ☒ **NO APLICABLE** ☐ Presentó copia, certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, al momento de radicar la solicitud nacional.

SI ☐ NO ☒ **NO APLICABLE** ☐ Presentó la traducción del capítulo reivindicatorio de la solicitud de la cual se reivindica prioridad (Art. 4, D-3 Convenio de París; Concepto: 5 de enero de 1999 S.I.C.).

SI ☐ NO ☒ **CUMPLE LOS REQUISITOS JURIDICOS**

OBSERVACIONES JURÍDICAS CONVENIO DE PARIS: Deberá presentar copia certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, en cualquier momento dentro del plazo de tres (3) meses, contados a partir de la fecha de depósito de la solicitud posterior. La omisión de esta formalidad implicará la pérdida del derecho de prioridad.

En consecuencia, se conceptúa que esta solicitud:

SI ☐ NO ☒ Se ajusta a los aspectos **FORMALES** indicados en la Decisión 344 y por tanto,

SI ☐ NO ☒ Se recomienda **PUBLICAR** el extracto correspondiente.

Santafé de Bogotá, D.C., 7 de Junio del 2000

EXAMINADOR JURIDICO.

202022

DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES

PRIMER EXAMEN DE FORMAEXPEDIENTE no. 00-419032000-08-16
630CONCEPTO TÉCNICO no.: 1360CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL DE PATENTES : COB G 69/00

Practicado el examen de acuerdo lo establece el Art. 21 de la Decisión 344, se determinó que la presente solicitud de **patente de invención**:

- | | |
|--|--|
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la identificación correcta del inventor (Art. 8, Art 13-a). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la identificación correcta del solicitante (Art. 13-a) |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene el resumen con el objeto y finalidad de la invención en forma correcta (Art. 13-e) |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene el título o nombre de la invención en forma correcta (Art. 13-b) |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene la descripción clara y completa de la invención (Art. 13-c) |
| SI ☐ NO ☐ | Contiene los dibujos correctos (Art. 14-c junto con el literal d) del Art. 4 del Dto. 117 del 94). |
| SI ☒ NO ☐ | Contiene las unidades de medida en el sistema exigido (Art. 14-c junto con el Dto. 3464 del 26 de diciembre de 1980) |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene una o más reivindicaciones, en forma correcta, que precisen la materia para la cual solicita protección mediante la patente (Art. 13-d). |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene el extracto de acuerdo con el literal c) del artículo 4 de Dto 117 del 94. |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene el arte final del dibujo característico de acuerdo con el literal c) del artículo 4 y el artículo 27 del Dto. 117 del 94. |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene la tarjeta de archivo temático (forma P-104) en forma correcta (Art. 14-c junto con el literal b) del Art. 4 del Dto. 117 del 94). |
| SI ☐ NO ☒ | Contiene la tarjeta de archivo de propietarios (forma P-105) en forma correcta (Art. 14-c junto con el literal b) del Art. 4 del Dto. 117 del 94). |

SI ☐ NO ☒**CUMPLE CON LOS REQUISITOS DE FORMA**OBSERVACIONES Y OTROS: SI ☒ NO ☐ Ver hoja(s) anexa(s).EXAMINADOR TÉCNICO : **202003**Santa Fe de Bogotá, D.C., 16 de agosto de 2000.

1 er EXAMEN DE FORMA

RADICACIÓN N° 00-41903

CONCEPTO TÉCNICO N° 1360

C 08 G 69/00

Las siguientes son observaciones que se desprenden del primer examen de forma:

1. Capítulo reivindicatorio.

1.1. El solicitante quiere que le sea protegido un método pero no muestra las etapas que lo conforman y solamente muestra condiciones del mismo y los componentes de la reacción. Un método o proceso es una secuencia lógica de etapas que busca llegar a un fin. El folio 4 en su segundo párrafo efectivamente describe un método; allí se puede observar pasos subsecuentes y lógicos que llegan a un fin. Así mismo, se puede mirar folio 9 último párrafo y siguientes

1.2. La redacción de la primera reivindicación tampoco permite establecer cual es la materia que el solicitante desea proteger:

1.2.1. Encabeza como 'procedimiento para producir poliamidas.'

1.2.2. Describe una composición para formar monómeros formadores de poliamida.

1.2.3. Habla de catalizadores heterogéneos y habla de manera ambigua del empleo de los mismos: 'utilizandose... de una manera que permita...' pero nunca describe su real funcionamiento.

El solicitante debe delimitar claramente el objeto de su invención y encabezar cada reivindicación con la materia que busca ser protegida. Es decir, si es un método describir los pasos que lo conforman; si es una composición, los componentes y sus proporciones.

1.3. Las reivindicaciones 2 a 4 tampoco están relacionadas directamente con un procedimiento, sino que describen un catalizador. Es aplicable lo enumerado en los ítemes anteriores.

Debe anexarse nuevo capítulo reivindicatorio completo y con las correcciones pedidas.

2. El título de la invención debe contener todo lo que el solicitante quiere que le sea protegido de acuerdo a lo establecido en el capítulo reivindicatorio. Modificar todos los sitios que contengan el título tales como tarjetas, extracto, etc.

3. Anexar extracto para publicación, tarjeta de propietarios y tarjeta de archivo temático diligenciados de forma completa con las correcciones aquí pedidas.

**Examinador técnico de Patentes
202003**

16 de agosto de 2000

41
A3
2000-08-24
430

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

EXPEDIENTE 00-41903

AUTO 2009

DISPONE

ARTICULO PRIMERO: Reconocer personería al Doctor EMILIO FERRERO, como apoderado de la Sociedad solicitante, en los términos y para los efectos del poder conferido.

ARTICULO SEGUNDO: Conforme lo establece el artículo 22 de la Decisión 344 de la Comisión del Acuerdo de Cartagena, requiérese al solicitante, para que dentro del plazo de treinta (30) días hábiles siguientes a la fecha de notificación del auto, presente respuesta a las observaciones o complemente los antecedentes señalados en el examen de forma.

ARTICULO TERCERO: Notificar por estado el presente auto, advirtiéndole que contra el no procede recurso alguno en la vía gubernativa.

NOTIFIQUESE Y CUMPLASE

Dado en Santafé de Bogotá D.C., a los 22 AGO 2000

EL JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES,


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL

NOTIFICADO POR ESTADO

Santafé de Bogotá D.C., 24 AGO. 2000 notificado por anotación en estado de esta misma fecha.

VENCIMIENTO NOTIFICACION ESTADO

SOLICITO PRORROGA TERMINO SI ☐ NO ☐

VENCIMIENTO TERMINO PRORROGA