

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

SOLICITUD DE

☒ Patente de Invención ☐ Patente de Modelo de Utilidad
☐ Capítulo I ☒ Capítulo II

2

SOLICITANTE
(71)

Nombre DSM N V
Dirección Het Overloon 1
Nacionalidad o Domicilio 6411 TE Heerlen
Países Bajos
Lugar de Constitución Países Bajos
Teléfono
Fax
E-mail

IDENTIFICACIÓN

CC ☐ NIT ☐
CE ☐ Otro ☐
Número

3

REPRESENTANTE
O AP DERADO
(74)

Nombre JIMENA ESCOBAR URIBE
Dirección Cra 11A No 94-76 (Of 305)
Teléfono 6 162051/61 Fax 6 161889
E-mail escobaru@elsito.net.co

IDENTIFICACIÓN

CC ☒ NIT ☐
CE ☐ Otro ☐
Número 39 779 452 T P 68228

4

INVENTOR (ES)
(72)

Nombre VER ANEXOS
Dirección
Nacionalidad o domicilio

5 PCT (86)

Solicitud Internacional No PCT/NL01/00429 Fecha Mayo 31, 2001
Publicación Internacional No WO 01/94298 A1 Fecha Diciembre 13, 2001

6 TITULO (54) PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE LA OXIMA DE LA
CICLOHEXANONA.

6 Clasificación Internacional (51) C 07C 251/44

7 Prioridad

SI ☒ NO ☐

(33) País de Origen
EUROPA

(32) Fecha
Junio 5, 2000

(31) Número de Solicitud
00201965 1

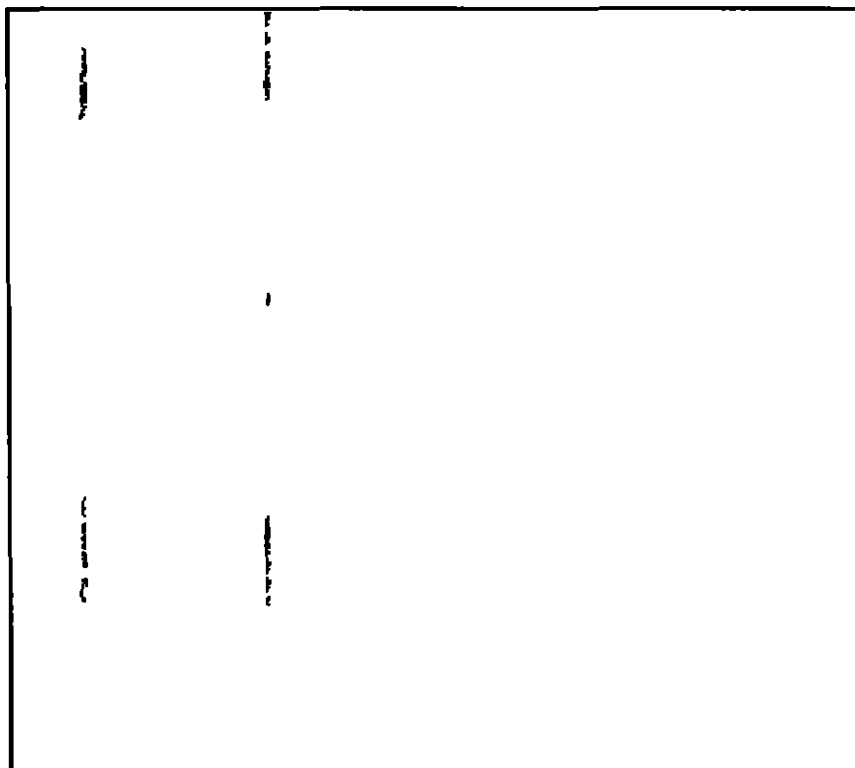
9 Comprobante de pago N 02 - 79.306 Fecha Noviembre 26, 2002

10

ANEX S

- ☐ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud
- ☐ Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica Prot. 17 794
- ☐ Poderes si fuere el caso Protocolo No 17 794
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante
- ☐ Declaraciones
- ☐ Copia de la solicitud internacional (Resumen descripción reivindicaciones dibujos)
- ☐ Traducción de la solicitud internacional al castellano (Resumen descripción reivindicaciones dibujos)
- ☐ Copia del examen preliminar internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen Preliminar (IPEA)
- ☐ Traducción del examen preliminar internacional efectuado por la IPEA
- ☐ De ser el caso copia de contrato de acceso
- ☐ De ser el caso documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas
- ☐ De ser el caso certificado de depósito del material biológico
- ☐ Arte final 12 X 12
- ☐ De ser el caso información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud
- ☐ De ser el caso modificaciones efectuadas a la solicitud internacional
- ☐ Otros

11 FIGURA CARACTERÍSTICA



12 Solicito la concesión de la patente

NOMBRE JIMENA ESCOBAR URIBE

FIRMA

C C 39 779 452 DE Usaqué T P 68 228

As 2509/PCT

ANEXOS**INVENTORES**

- 1) **MARC BLAAUW**
(6226 VZ Maastricht, Países Bajos),
- 2) **ANTONIUS JACOBUS FRANCISCUS SIMONS**
(6163 HN Geleen, Países Bajos),
- 3) **HENK OEVERING**
(6181 BR Elsloo, Países Bajos)

Solicito expresamente a nombre de la sociedad **DSM N.V.**, sociedad constituida de conformidad con las leyes de Países Bajos, domiciliada en Het Overloon 1, 6411 TE Heerlen, Países Bajos, el otorgamiento de Patente para la invención titulada **"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE LA OXIMA DE LA CICLOHEXANONA "**.

Clase C 07


JIMENA ESCOBAR URIBE
C C 39 779 452 de Usaquen
T P 68 228



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Radicacion 02110471 00000000 Folios 60
Fecha (MM) 2002-12-05 16:15:28
Tramite 011 PCT-PATENT 379 FASE NACI 411 PRESENTN
Dependencia 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

N T 800176089 2

RECIBO OFICIAL DE CAJA 02 79 306
FECHA NOVIEMBRE 26 DE 2002

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No PAGO	FECHA PAGO	Vr PAGO
ESCOBAR URIBE ASOCIADOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050 00110-6	6513094	26/11/2002	5,171 000 00

*** CONCEPTO ***

CANT	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	5000.-01-01	SOLICITUDES	
		1 TRAMITES DE SOL DE PATENTE DE IN	378,000 00
		TOTAL :	\$ 378 000 00

SOM TRESCIENTOS SETENTA Y OCHO MIL PESOS

RESPONSABLE _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No _____

Carrera 13 No 27-00 Pisos 5 7 y 10
Conmutador 382 0840
Fax 350 5220
E-mail info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá D C Colombia

PCT

REQUEST

The undersigned requests that the present international application be processed according to the Patent Cooperation Treaty

For receiving Office use only

International Application No.

International Filing Date

Name of receiving Office and "PCT International Application

Applicant's or agent's file reference 3763WO
(if desired) (12 characters maximum)

PROCESS FOR THE PREPARATION OF CYCLOHEXANONE OXIME

Box No. II APPLICANT

Name and address (Family name followed by given name for a legal entity full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is country) of residence if no State of residence is indicated below)

DSM N V
Het Overloon 1
6411 TE Heerlen (NL)

☐ This person is also inventor

Telephone No

Facsimile No.

Teleprinter No

State (that is country) of nationality NL

State (that is country) of residence NL

This person is applicant
for the purposes ofall designated
Statesall designated States except
the United States of Americathe United States
of America onlythe States indicated in
the Supplemental Box

Box No. III FURTHER APPLICANT(S) AND/OR (FURTHER) INVENTOR(S)

Name and address (Family name followed by given name for a legal entity full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is country) of residence if no State of residence is indicated below)

BLAAUW Marc
Habsburgerplein 29
6226 VZ Maastricht the Netherlands

This person is

☐ applicant only☒ applicant and inventor☐ inventor only (if this check box
is marked do not fill in below)

State (that is country) of nationality NL

State (that is country) of residence NL

This person is applicant
for the purposes ofall designated
Statesall designated States except
the United States of Americathe United States
of America onlythe States indicated in
the Supplemental Box☒ Further applicants and/or (further) inventors are indicated on a continuation sheet

Box No. IV AGENT OR COMMON REPRESENTATIVE OR ADDRESS FOR CORRESPONDENCE

The person identified below is hereby/has been appointed to act on behalf
of the applicant(s) before the competent International Authorities as

☒ agent☐ common representative

Name and address (Family name followed by given name for a legal entity full official
designation. The address must include postal code and name of country)

VAN TOL - KOUTSTAAL Charlotte Adeline

DSM Patents & Trademarks
P O Box 9
6160 MA Geleen (NL)

Telephone No

(+31)46 4767544

Facsimile No

(+31)46-4761830

Teleprinter No



Address for correspondence Mark this check box where no agent or common representative is/has been appointed and the space above
is used instead to indicate a special address to which correspondence should be sent

Continuation of Box No. III

FURTHER APPLICANT(S) AND/OR (FURTHER) INVENTOR(S)

If none of the following sub-boxes is used, this sheet should not be included in the request

Name and address (Family name followed by given name for a legal entity full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is country) of residence if no State of residence is indicated below)

SIMONS Antonius Jacobus Franciscus
Mauritspark 24
6163 HN Geleen the Netherlands

This person is

- ☐ applicant only
☒ applicant and inventor
☐ inventor only (If this check box is marked, do not fill in below)

State (that is country) of nationality NL

State (that is country) of residence NL

This person is applicant for the purposes of

- ☐ all designated States ☐ all designated States except the United States of America ☒ the United States of America only ☐ the States indicated in the Supplemental Box

Name and address (Family name followed by given name for a legal entity full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is country) of residence if no State of residence is indicated below)

OEVERING Henk
Burg Eussenstraat 46
6181 BR Elsloo the Netherlands

This person is

- ☐ applicant only
☒ applicant and inventor
☐ inventor only (If this check box is marked do not fill in below)

State (that is country) of nationality NL

State (that is country) of residence NL

This person is applicant for the purposes of

- ☐ all designated States ☐ all designated States except the United States of America ☒ the United States of America only ☐ the States indicated in the Supplemental Box

Name and address (Family name followed by given name for a legal entity full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is country) of residence if no State of residence is indicated below)

This person is

- ☐ applicant only
☐ applicant and inventor
☐ inventor only (If this check box is marked do not fill in below)

State (that is country) of nationality

State (that is country) of residence

This person is applicant for the purposes of

- ☐ all designated States ☐ all designated States except the United States of America ☒ the United States of America only ☐ the States indicated in the Supplemental Box

Name and address (Family name followed by given name for a legal entity full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is country) of residence if no State of residence is indicated below)

This person is

- ☐ applicant only
☐ applicant and inventor
☐ inventor only (If this check-box is marked do not fill in below)

State (that is country) of nationality

State (that is country) of residence

This person is applicant for the purposes of

- ☐ all designated States ☐ all designated States except the United States of America ☐ the United States of America only ☐ the States indicated in the Supplemental Box

☐ Further applicants and/or (further) inventors are indicated on another continuation sheet

Box No.V DESIGNATION OF STATES Mark the applicable check-boxes below at least one must be marked.

The following designations are hereby made under Rule 4 9(a)

Regional Patent

- ☒ AP ARIPO Patent GH Ghana, GM Gambia, KE Kenya, LS Lesotho, MW Malawi, MZ Mozambique, SD Sudan, SL Sierra Leone, SZ Swaziland, TZ United Republic of Tanzania, UG Uganda, ZW Zimbabwe, and any other State which is a Contracting State of the Harare Protocol and of the PCT
- ☒ EA Eurasian Patent AM Armenia, AZ Azerbaijan, BY Belarus, KG Kyrgyzstan, KZ Kazakhstan, MD Republic of Moldova, RU Russian Federation, TJ Tajikistan, TM Turkmenistan, and any other State which is a Contracting State of the Eurasian Patent Convention and of the PCT
- ☒ EP European Patent AT Austria, BE Belgium, CH & LI Switzerland and Liechtenstein, CY Cyprus, DE Germany, DK Denmark, ES Spain, FI Finland, FR France, GB United Kingdom, GR Greece, IE Ireland, IT Italy, LU Luxembourg, MC Monaco, NL Netherlands, PT Portugal, SE Sweden, TR Turkey, and any other State which is a Contracting State of the European Patent Convention and of the PCT
- ☒ OA OAPI Patent BF Burkina Faso, BJ Benin, CF Central African Republic, CG Congo, CI Côte d'Ivoire, CM Cameroon, GA Gabon, GN Guinea, GW Guinea-Bissau, ML Mali, MR Mauritania, NE Niger, SN Senegal, TD Chad, TG Togo, and any other State which is a member State of OAPI and a Contracting State of the PCT (if other kind of protection or treatment desired, specify on dotted line)

National Patent (if other kind of protection or treatment desired, specify on dotted line)

- | | | |
|---|--|--|
| ☒ AE United Arab Emirates | ☒ GE Georgia | ☒ MW Malawi |
| ☒ AG Antigua and Barbuda | ☒ GH Ghana | ☒ MX Mexico |
| ☒ AL Albania | ☒ GM Gambia | ☒ MZ Mozambique |
| ☒ AM Armenia | ☒ HR Croatia | ☒ NO Norway |
| ☒ AT Austria | ☒ HU Hungary | ☒ NZ New Zealand |
| ☒ AU Australia | ☒ ID Indonesia | ☒ PL Poland |
| ☒ AZ Azerbaijan | ☒ IL Israel | ☒ PT Portugal |
| ☒ BA Bosnia and Herzegovina | ☒ IN India | ☒ RO Romania |
| | ☒ IS Iceland | ☒ RU Russian Federation |
| ☒ BB Barbados | ☒ JP Japan | |
| ☒ BG Bulgaria | ☒ KE Kenya | ☒ SD Sudan |
| ☒ BR Brazil | ☒ KG Kyrgyzstan | ☒ SE Sweden |
| ☒ BY Belarus | ☒ KP Democratic People's Republic of Korea | ☒ SG Singapore |
| ☒ BZ Belize | | ☒ SI Slovenia |
| ☒ CA Canada | ☒ KR Republic of Korea | ☒ SK Slovakia |
| ☒ CH & LI Switzerland and Liechtenstein | ☒ KZ Kazakhstan | ☒ SL Sierra Leone |
| ☒ CN China | ☒ LC Saint Lucia | ☒ TJ Tajikistan |
| ☒ CO Colombia | ☒ LK Sri Lanka | ☒ TM Turkmenistan |
| ☒ CR Costa Rica | ☒ LR Liberia | ☒ TR Turkey |
| ☒ CU Cuba | ☒ LS Lesotho | ☒ TT Trinidad and Tobago |
| ☒ CZ Czech Republic | ☒ LT Lithuania | |
| ☒ DE Germany | ☒ LU Luxembourg | ☒ TZ United Republic of Tanzania |
| ☒ DK Denmark | ☒ LV Latvia | ☒ UA Ukraine |
| ☒ DM Dominica | ☒ MA Morocco | ☒ UG Uganda |
| ☒ DZ Algeria | ☒ MD Republic of Moldova | ☒ US United States of America |
| ☒ EE Estonia | | ☒ UZ Uzbekistan |
| ☒ ES Spain | ☒ MG Madagascar | ☒ VN Viet Nam |
| ☒ FI Finland | ☒ MK The former Yugoslav Republic of Macedonia | ☒ YU Yugoslavia |
| ☒ GB United Kingdom | ☒ MN Mongolia | ☒ ZA South Africa |
| ☒ GD Grenada | | ☒ ZW Zimbabwe |

Check boxes below reserved for designating States which have become party to the PCT after issuance of this sheet

- | | | |
|--|--------------------------|--------------------------|
| ☒ EC Ecuador | ☐ | ☐ |
| ☐ | ☐ | ☐ |

Precautionary Designation Statement In addition to the designations made above, the applicant also makes under Rule 4 9(b) all other designations which would be permitted under the PCT except any designation(s) indicated in the Supplemental Box as being excluded from the scope of this statement. The applicant declares that those additional designations are subject to confirmation and that any designation which is not confirmed before the expiration of 15 months from the priority date is to be regarded as withdrawn by the applicant at the expiration of that time limit. (Confirmation (including fees) must reach the receiving Office within the 15-month time limit.)

Box No. VI PRIORITY CLAIM		☐ Further priority claims are indicated in the Supplemental Box		
Filing Date of earlier application (day/month/year)	Number of earlier application	Where earlier application is		
		national application country	regional application * regional Office	international application receiving Office
item (1) 5 June 2000 (05 06 00)	00201965 1		EP-NL	
item (2)				
item (3)				
☐ The receiving Office is requested to prepare and transmit to the International Bureau a certified copy of the earlier application(s) (only if the earlier application was filed with the Office which for the purposes of the present international application is the receiving Office) identified above as item(s)				
<i>Where the earlier application is an ARIPO application, it is mandatory to indicate in the Supplemental Box at least one country party to the Paris Convention for the Protection of Industrial Property for which that earlier application was filed (Rule 4 10(b)(ii)). See Supplemental Box.</i>				
Box No. VII INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY				
Choice of International Searching Authority (ISA) (if two or more International Searching Authorities are competent to carry out the international search indicate the Authority chosen the two-letter code may be used).		Request to use results of earlier search reference to that search (if an earlier search has been carried out by or requested from the International Searching Authority).		
ISA/		Date (day/month/year) 5 June 2000	Number 00201965 1	Country (or regional Office) EP NL
Box No. VIII CHECK LIST, LANGUAGE OF FILING				
This international application contains, the following number of sheets		This international application is accompanied by the item(s) marked below		
request	4	1 ☒ fee calculation sheet		
description (excluding sequence listing part)	12	2 ☐ separate signed power of attorney		
claims	2	3 ☒ copy of general power of attorney reference number if any		
abstract	1	4 ☐ statement explaining lack of signature		
drawings	1	5 ☐ priority document(s) identified in Box No VI as item(s)		
sequence listing part of description		6 ☐ translation of international application into (language)		
Total number of sheets	20	7 ☐ separate indications concerning deposited microorganism or other biological material		
		8 ☐ nucleotide and/or amino acid sequence listing in computer readable form		
		9 ☐ other (specify)		
Figure of the drawings which should accompany the abstract		Language of filing of the international application English		
Box No. IX SIGNATURE OF APPLICANT OR AGENT				
Note: each signature indicate the name of the person signing and the capacity in which the person signs (if such capacity is not obvious from reading the request).				
 G.A. van Tol Koutstaal				

For receiving Office use only		2 Drawings
1 Date of actual receipt of the purported international application		☐ received ☐ not received
3 Corrected date of actual receipt due to later but timely received papers or drawings completing the purported international application		
4 Date of timely receipt of the required corrections under PCT Article 11(2)		
5 International Searching Authority ISA /	6 ☐ Transmittal of search copy delayed until search fee is paid	

For International Bureau use only
Date of receipt of the record copy by the International Bureau

PCT

FEE CALCULATION SHEET

For receiving Office use only

Annex to the Request

Applicant's or agent's file reference 3763WO Applicant DSM NV	International application No. _____ Date stamp of the receiving Office _____
CALCULATION OF PRESCRIBED FEES 1 TRANSMITTAL FEE 110 T SEARCH FEE 2082 S International search to be carried out by (If two or more International Searching Authorities are competent in relation to the international application, indicate the name of the Authority which has been to carry out the international search.) 2 INTERNATIONAL FEE Base Fee The international application contains <u>20</u> sheets first 30 sheets 901 b₁ remaining sheets <u>x</u> additional amount b₂ Add amounts entered at b₁ and b₂ and enter total at B 901 B Designation Fees The international application contains <u>89</u> designations <u>6</u> <u>x</u> <u>193</u> 1158 D number of designation fees payable (maximum 6) amount of designation fee Add amounts entered at B and D and enter total at I 2059 I (Applicants from certain States are entitled to a reduction of 75% of the international fee. Where the applicant is not an applicant of a State entitled to the reduction, 75% of the amount of the amount entered at B and D.) 3 FEE FOR PRIORITY DOCUMENT (if applicable) P 4 TOTAL FEES PAYABLE 4251 Add amounts entered at F, S, I and P and enter total in the TOTAL box TOTAL	
☐ The designation fees are not paid at this time	
MODE OF PAYMENT ☒ authorization to charge deposit account (see below) ☐ bank draft ☐ coupons ☐ cheque ☐ cash ☐ other (specify): _____ ☐ postal money order ☐ revenue stamps	
DEPOSIT ACCOUNT AUTHORIZATION (this mode of payment may not be available at all receiving Offices) The Receiver <u>NI</u> ☒ is hereby authorized to charge the total fees indicated above to my deposit account ☒ (this check box may be marked only if the conditions for deposit accounts of the receiving Office so permit) is hereby authorized to charge any deficiency or credit any overpayment in the total fees indicated above to my deposit account ☐ is hereby authorized to charge the fee for preparation and transmittal of the priority document to the International Bureau of WIPO to my deposit account	
1500	31 May 2001
Deposit Account No _____	Date (day/month/year) _____
Signature <u>C.A. van Tol Koutstaal</u>	

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
13 December 2001 (13 12 2001)

PCT

(10) International Publication Number
WO 01/94298 A1

- (51) International Patent Classification⁷ C07C 251/44 (74) Agent: VAN TOL-KOUTSTAAL, Charlotte, Adellene
249/08 DSM Patents & Trademarks, PO Box 9 NL-6160 MA
Geleen (NL).
- (21) International Application Number PCT/NL01/00429 ✓ (81) Designated States (*national*) AE, AG, AL, AM, AT, AU,
AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU,
(22) International Filing Date 31 May 2001 (31.05 2001) CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH,
GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KB, KG, KP, KR, KZ, LC,
(25) Filing Language English LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW,
MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK,
(26) Publication Language English SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA,
ZW
- (30) Priority Data 00201965 1 5 June 2000 (05.06 2000) EP (84) Designated States (*regional*) ARIPO patent (GH, GM,
KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW) Eurasian
patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM) European
(71) Applicant (*for all designated States except US*) DSM N V patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE,
[NL/NL] Het Overloon 1 NL-6411 TE Heerlen (NL). IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI patent (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)
- (72) Inventors and
(75) Inventors/Applicants (*for US only*) BLAAUW Marc Published
[NL/NL] Habsburgerplein 29 NL-6226 VZ Maas- with international search report
tricht (NL) SIMONS, Antonius Jacobus Franciscus
[NL/NL] Mauritspark 24 NL-6163 HN Geleen (NL) For two-letter codes and other abbreviations refer to the
OEVERING Henk [NL/NL] Burg. Eussenstraat 46, Guidance Notes on Codes and Abbreviations appearing at the begin-
NL-6181 BR Elsloo (NL) ning of each regular issue of the PCT Gazette.

WO 01/94298 A1

(54) Title PROCESS FOR THE PREPARATION OF CYCLOHEXANONE OXIME

(57) Abstract The invention relates to a process for the production of cyclohexanone oxime in which a phosphate-containing aqueous reaction medium is cycled from a hydroxylammonium synthesis zone to a cyclohexanone oxime synthesis zone and back to the hydroxylammonium synthesis zone in which hydroxylammonium synthesis zone hydroxylammonium is formed by catalytic reduction of nitrate with hydrogen and in which cyclohexanone oxime synthesis zone hydroxylammonium is reacted with cyclohexanone to form cyclohexanone oxime the cyclohexanone and an organic solvent being fed into the cyclohexanone oxime synthesis zone an organic medium comprising the organic solvent and cyclohexanone oxime being withdrawn from the cyclohexanone oxime synthesis zone characterized in that the ratio $f_h/f < 1.00$ wherein f_h represents the molar quantity of hydroxylammonium fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s) and f represents the molar quantity of cyclohexanone fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

National Application No.
PCT/NL 01/00429

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C07C251/44 C07C249/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data BEILSTEIN Data, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document with indication where appropriate of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GB 1 138 750 A (STAMICARBON) 1 January 1969 (1969-01-01) cited in the application claims examples I,II	1-4
A	US 3 997 607 A (STAMICARBON) 14 December 1976 (1976-12-14) cited in the application claims example	1
A	US 4 328 198 A (STAMICARBON) 4 May 1982 (1982-05-04) claims example	1

☐ Further documents are listed in the continuation of box C☒ Patent family members are listed in annex

Special categories of cited documents

- A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- E earlier document but published on or after the international filing date
- L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

A document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

26 July 2001

Date of mailing of the international search report

06/08/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P. B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3018

Authorized officer

Zervas B

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/NL 01/00429

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 1138750 A	01-01-1969	NL 6513426 A	17-04-1967
		BE 688260 A	14-04-1967
		CH 481888 A	30-11-1969
		DE 1272288 B	
		DK 117701 B	25-05-1970
		FR 1496435 A	22-12-1967
		IL 26663 A	17-09-1970
		NO 125629 B	09-10-1972
		SE 338985 B	27-09-1971
US 3997607 A	14-12-1976	NL 7405630 A	28-10-1975
		US 3940442 A	24-02-1976
		AR 202611 A	24-06-1975
		BE 828393 A	27-10-1975
		BR 7502549 A	03-03-1976
		CH 609335 A	28-02-1979
		CS 199266 B	31-07-1980
		DE 2518259 A	06-11-1975
		ES 436961 A	01-12-1976
		FR 2268794 A	21-11-1975
		GB 1506437 A	05-04-1978
		IT 1035465 B	20-10-1979
		JP 50154224 A	12-12-1975
		RO 73094 A	26-02-1982
		SU 586838 A	30-12-1977
US 4328198 A	04-05-1982	NL 7907395 A	07-04-1981
		BR 8006398 A	14-04-1981
		CA 1156430 A	08-11-1983
		EP 0026957 A	15-04-1981
		ES 495575 D	16-06-1981
		ES 8106464 A	01-11-1981
		JP 56059609 A	23-05-1981
		PT 71859 A	01-11-1980

PATENT COOPERATION TREATY

From the INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

PCTNOTIFICATION OF TRANSMITTAL OF
THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT
OR THE DECLARATION

(PCT Rule 44.1)

To

DSM PATENTS & TRADEMARKS
Attn: Van Tol-Koutstaal, C. A.
P.O. BOX 9
NL-6160 MA Geleen
NETHERLANDS

1635

Date of mailing
(day/month/year)

06/08/2001

Applicant's or agent's file reference

3763W0

FOR FURTHER ACTION

See paragraphs 1 and 4 below

International application No

PCT/NL 01/00429

International filing date
(day/month/year)

31/05/2001

Applicant

DSM N.V.

- 1
- ☒
- The applicant is hereby notified that the International Search Report has been established and is transmitted herewith

Filing of amendments and statement under Article 19:

The applicant is entitled, if he so wishes, to amend the claims of the International Application (see Rule 46)

When? The time limit for filing such amendments is normally 2 months from the date of transmittal of the International Search Report; however, for more details, see the notes on the accompanying sheet.

Where? Directly to the International Bureau of WIPO
34 chemin des Colombettes
1211 Geneva 20 Switzerland
Facsimile No. (41-22) 740 14.35

For more detailed instructions, see the notes on the accompanying sheet.

- 2
- ☐
- The applicant is hereby notified that no International Search Report will be established and that the declaration under Article 17(2)(a) to that effect is transmitted herewith.

- 3
- ☐
- With regard to the protest against payment of (an) additional fee(s) under Rule 40.2, the applicant is notified that:

☐ the protest together with the decision thereon has been transmitted to the International Bureau together with the applicant's request to forward the texts of both the protest and the decision thereon to the designated Offices☐ no decision has been made yet on the protest, the applicant will be notified as soon as a decision is made

- 4 Further action(s) The applicant is reminded of the following

Shortly after 18 months from the priority date, the international application will be published by the International Bureau. If the applicant wishes to avoid or postpone publication, a notice of withdrawal of the international application or of the priority claim must reach the International Bureau as provided in Rules 90bis.1 and 90bis.3, respectively, before the completion of the technical preparations for international publication.

Within 19 months from the priority date, a demand for international preliminary examination must be filed if the applicant wishes to postpone the entry into the national phase until 30 months from the priority date (in some Offices even later).

Within 20 months from the priority date, the applicant must perform the prescribed acts for entry into the national phase before all designated Offices which have not been elected in the demand or in a later election within 19 months from the priority date or could not be elected because they are not bound by Chapter II.

Name and mailing address of the International Searching Authority

European Patent Office P.B. 5818 Patentlaan 2
NL-2280 HV Rijswijk
Tel (+31-70) 340-2040 Tx 31 651 epo nl
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Eva Bleijjs

NOTES TO FORM PCT/ISA/220

These Notes are intended to give the basic instructions concerning the filing of amendments under article 19. The Notes are based on the requirements of the Patent Cooperation Treaty, the Regulations and the Administrative Instructions under that Treaty. In case of discrepancy between these Notes and those requirements, the latter are applicable. For more detailed information, see also the PCT Applicant's Guide, a publication of WIPO.

In these Notes, "Article", "Rule" and "Section" refer to the provisions of the PCT, the PCT Regulations and the PCT Administrative Instructions respectively.

INSTRUCTIONS CONCERNING AMENDMENTS UNDER ARTICLE 19

The applicant has, after having received the international search report, one opportunity to amend the claims of the international application. It should however be emphasized that, since all parts of the international application (claims, description and drawings) may be amended during the international preliminary examination procedure, there is usually no need to file amendments of the claims under Article 19 except where, e.g. the applicant wants the latter to be published for the purposes of provisional protection or has another reason for amending the claims before international publication. Furthermore, it should be emphasized that provisional protection is available in some States only.

What parts of the international application may be amended?

Under Article 19, only the claims may be amended.

During the international phase, the claims may also be amended (or further amended) under Article 34 before the International Preliminary Examining Authority. The description and drawings may only be amended under Article 34 before the International Examining Authority.

Upon entry into the national phase, all parts of the international application may be amended under Article 28 or, where applicable, Article 41.

When? Within 2 months from the date of transmittal of the international search report or 16 months from the priority date, whichever time limit expires later. It should be noted, however, that the amendments will be considered as having been received on time if they are received by the International Bureau after the expiration of the applicable time limit but before the completion of the technical preparations for international publication (Rule 46.1).

Where not to file the amendments?

The amendments may only be filed with the International Bureau and not with the receiving Office or the International Searching Authority (Rule 46.2).

Where a demand for international preliminary examination has been filed, see below.

How? Either by cancelling one or more entire claims, by adding one or more new claims or by amending the text of one or more of the claims as filed.

A replacement sheet must be submitted for each sheet of the claims which, on account of an amendment or amendments, differs from the sheet originally filed.

All the claims appearing on a replacement sheet must be numbered in Arabic numerals. Where a claim is cancelled, no renumbering of the other claims is required. In all cases where claims are renumbered, they must be renumbered consecutively (Administrative Instructions, Section 205(b)).

The amendments must be made in the language in which the international application is to be published.

What documents must/may accompany the amendments?

Letter (Section 205(b)).

The amendments must be submitted with a letter.

The letter will not be published with the international application and the amended claims. It should not be confused with the "Statement under Article 19(1)" (see below, under "Statement under Article 19(1)").

The letter must be in English or French, at the choice of the applicant. However, if the language of the international application is English, the letter must be in English. If the language of the international application is French, the letter must be in French.

NOTES TO FORM PCT/ISA/220 (continued)

The letter must indicate the differences between the claims as filed and the claims as amended. It must in particular indicate in connection with each claim appearing in the international application (it being understood that identical indications concerning several claims may be grouped) whether

- (i) the claim is unchanged;
- (ii) the claim is cancelled;
- (iii) the claim is new
- (iv) the claim replaces one or more claims as filed
- (v) the claim is the result of the division of a claim as filed

The following examples illustrate the manner in which amendments must be explained in the accompanying letter:

1. [Where originally there were 48 claims and after amendment of some claims there are 51]
"Claims 1 to 29, 31, 32, 34, 35, 37 to 48 replaced by amended claims bearing the same numbers, claims 30, 33 and 36 unchanged, new claims 49 to 51 added"
2. [Where originally there were 15 claims and after amendment of all claims there are 11]
"Claims 1 to 15 replaced by amended claims 1 to 11"
3. [Where originally there were 14 claims and the amendments consist in cancelling some claims and in adding new claims]
"Claims 1 to 6 and 14 unchanged; claims 7 to 13 cancelled; new claims 15, 16 and 17 added, or
"Claims 7 to 13 cancelled; new claims 15, 16 and 17 added; all other claims unchanged."
4. [Where various kinds of amendments are made]
"Claims 1, 10 unchanged; claims 11 to 13, 18 and 19 cancelled; claims 14, 15 and 16 replaced by amended claim 14; claim 17 subdivided into amended claims 15, 16 and 17; new claims 20 and 21 added"

"Statement under article 19(1)" (Rule 48.4)

The amendments may be accompanied by a statement explaining the amendments and indicating any impact that such amendments might have on the description and the drawings (which cannot be amended under Article 19(1)).

The statement will be published with the international application and the amended claims.

It must be in the language in which the international application is to be published.

It must be brief, not exceeding 500 words if in English or if translated into English.

It should not be confused with and does not replace the letter indicating the differences between the claims as filed and as amended. It must be filed on a separate sheet and must be identified as such by a heading preferably by using the words "Statement under Article 19(1)".

It may not contain any disparaging comments on the international search report or the relevance of citations contained in that report. Reference to citations, relevant to a given claim, contained in the international search report may be made only in connection with an amendment of that claim.

Consequence if a demand for international preliminary examination has already been filed

If at the time of filing any amendments under Article 19 a demand for international preliminary examination has already been submitted, the applicant must preferably at the same time of filing the amendments with the International Bureau also file a copy of such amendments with the International Preliminary Examining Authority (see Rule 62.2(a) first sentence).

Consequence with regard to translation of the international application for entry into the national phase

The applicant's attention is drawn to the fact that where upon entry into the national phase a translation of the claims as amended under Article 19 may have to be furnished to the designated/elected Office instead of, or in addition to, the translation of the claims as filed.

For further details on the requirements of each designated/elected Office see Volume II of the PCT Applicant's Guide.

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

(PCT Article 18 and Rules 43 and 44)

Applicant's or agent's file reference 3763W0	FOR FURTHER ACTION see Notification of Transmittal of International Search Report (Form PCT/ISA/220) as well as, where applicable, item 5 below	
International application No PCT/NL 01/ 00429	International filing date (day/month/year) 31/05/2001	(Earliest) Priority Date (day/month/year) 05/06/2000
Applicant DSM N V		

This International Search Report has been prepared by this International Searching Authority and is transmitted to the applicant according to Article 18. A copy is being transmitted to the International Bureau.

This International Search Report consists of a total of 2 sheets.



It is also accompanied by a copy of each prior art document cited in this report.

1 Basis of the report

- a With regard to the language, the international search was carried out on the basis of the international application in the language in which it was filed, unless otherwise indicated under this item.



the international search was carried out on the basis of a translation of the international application furnished to this Authority (Rule 23.1(b)).

- b With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international search was carried out on the basis of the sequence listing.



contained in the international application in written form.



filed together with the international application in computer readable form.



furnished subsequently to this Authority in written form.



furnished subsequently to this Authority in computer readable form.



the statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.



the statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

- 2 ☐ Certain claims were found unsearchable (See Box I)

- 3 ☐ Unity of invention is lacking (see Box II)

4 With regard to the title



the text is approved as submitted by the applicant.



the text has been established by this Authority to read as follows:

5 With regard to the abstract,



the text is approved as submitted by the applicant.



the text has been established according to Rule 38.2(b) by this Authority as it appears in Box III. The applicant may within one month from the date of mailing of this international search report submit comments to this Authority.

6 The figure of the drawings to be published with the abstract is Figure No.



as suggested by the applicant.



because the applicant failed to suggest a figure.



because this figure better characterizes the invention.



None of the figures.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/NL 01/00429

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C07C251/44 C07C249/08		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 C07C		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and where practical, search terms used) EPO-Internal WPI Data BEILSTEIN Data CHEM ABS Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document with indication where appropriate of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GB 1 138 750 A (STAMICARBON) 1 January 1969 (1969-01-01) cited in the application claims examples I II	1-4
A	US 3 997 607 A (STAMICARBON) 14 December 1976 (1976-12-14) cited in the application claims example	1
A	US 4 328 198 A (STAMICARBON) 4 May 1982 (1982-05-04) claims example	1
☐ Further documents are listed in the continuation of box C. ☒ Patent family members are listed in annex		
Special categories of cited documents		
A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance E earlier document but published on or after the international filing date L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) O document referring to an oral disclosure use exhibition or other means P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention X document of particular relevance the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone Y document of particular relevance the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art & document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search 26 July 2001		Date of mailing of the international search report 06/08/2001
Name and mailing address of the ISA European Patent Office P B 5818 Patentlaan 2 NL 2280 HV Rijswijk Tel (+31-70) 340-2040, Tx 31 851 epo nl Fax (31 70) 340-3018		Authorized officer Zervas B

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/NL 01/00429

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 1138750 A	01-01-1969	NL 6513426 A	17-04-1967
		BE 688260 A	14-04-1967
		CH 481888 A	30-11-1969
		DE 1272288 B	
		DK 117701 B	25-05-1970
		FR 1496435 A	22-12-1967
		IL 26663 A	17-09-1970
		NO 125629 B	09-10-1972
		SE 338985 B	27-09-1971
US 3997607 A	14-12-1976	NL 7405630 A	28-10-1975
		US 3940442 A	24-02-1976
		AR 202611 A	24-06-1975
		BE 828393 A	27-10-1975
		BR 7502549 A	03-03-1976
		CH 609335 A	28-02-1979
		CS 199266 B	31-07-1980
		DE 2518259 A	06-11-1975
		ES 436961 A	01-12-1976
		FR 2268794 A	21-11-1975
		GB 1506437 A	05-04-1978
		IT 1035465 B	20-10-1979
		JP 50154224 A	12-12-1975
		RO 73094 A	26-02-1982
		SU 586838 A	30-12-1977
US 4328198 A	04-05-1982	NL 7907395 A	07-04-1981
		BR 8006398 A	14-04-1981
		CA 1156430 A	08-11-1983
		EP 0026957 A	15-04-1981
		ES 495575 D	16-06-1981
		ES 8106464 A	01-11-1981
		JP 56059609 A	23-05-1981
		PT 71859 A	01-11-1980

PATENT COOPERATION TREATY

From the
INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINING AUTHORITY

To		
Van Tol Koutstaal C A		
DSM Patents & Trademarks		
P O BOX 9		
NL-6160 MA Geleen		
PAYS-BAS		
11 JUL 2002		
BA	Reg	Genic t Nr
Amu 5376		

PCT

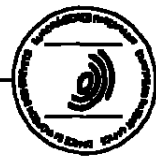
WRITTEN OPINION

(PCT Rule 66)

Date of mailing (day/month/year)		10 06 2002
Applicant's or agent's file reference 3763WO		REPLY DUE within 2 month(s) from the above date of mailing
International application No PCT/NL01/00429	International filing date (day/month/year) 31/05/2001	Priority date (day/month/year) 05/06/2000
International Patent Classification (IPC) or both national classification and IPC C07C251/44		
Applicant DSM N V		

- 1 This written opinion is the second drawn up by this International Preliminary Examining Authority
- 2 This opinion contains indications relating to the following items
- I ☒ Basis of the opinion
 - II ☐ Priority
 - III ☐ Non establishment of opinion with regard to novelty inventive step and industrial applicability
 - IV ☐ Lack of unity of invention
 - V ☒ Reasoned statement under Rule 66 2(a)(ii) with regard to novelty inventive step or industrial applicability citations and explanations supporting such statement
 - VI ☐ Certain document cited
 - VII ☐ Certain defects in the international application
 - VIII ☐ Certain observations on the international application
- 3 The applicant is hereby invited to reply to this opinion
- When? See the time limit indicated above. The applicant may before the expiration of that time limit request this Authority to grant an extension see Rule 66.2(d)
- How? By submitting a written reply accompanied where appropriate by amendments according to Rule 66.3. For the form and the language of the amendments see Rules 66.8 and 66.9
- Also For an additional opportunity to submit amendments, see Rule 66.4. For the examiner's obligation to consider amendments and/or arguments, see Rule 66.4 bis. For an informal communication with the examiner see Rule 66.6.
- If no reply is filed the international preliminary examination report will be established on the basis of this opinion
- 4 The final date by which the international preliminary examination report must be established according to Rule 69.2 is 05/10/2002

Name and mailing address of the international preliminary examining authority	Authorized officer / Examiner
 European Patent Office P B 5818 Patentlaan 2 NL 2280 HV Rijswijk Pays Bas Tel +31 70 340 2040 Tx 31 651 epo nl Fax +31 70 340 3016	Zervas B
	Formalities officer (incl. extension of time limits) Cardenas C
	Telephone No +31 70 340 3370



WRITTEN OPINION

International application No **PCT/NL01/00429**

I Basis of the opinion

- 1** With regard to the elements of the International application (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this opinion as "originally filed"*)

Description pages

1 12 as originally filed

Claims No

1 13 as originally filed

Drawings sheets

1 as originally filed

- 2** With regard to the language all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the International application was filed unless otherwise indicated under this item

These elements were available or furnished to this Authority in the following language which is

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of the international search (under Rule 23 1(b))
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48 3(b))
- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55 2 and/or 55 3)

- 3** With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing

- ☐ contained in the International application in written form
- ☐ filed together with the international application in computer readable form
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished

- 4** The amendments have resulted in the cancellation of

- ☐ the description pages
- ☐ the claims Nos

WRITTEN OPINION

International application No **PCT/NL01/00429**

☐ the drawings sheets

5 ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made since they have been considered to go beyond the disclosure as filed (Rule 70 2(c))
(Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report)

6 Additional observations if necessary

V Reasoned statement under Rule 66 2(a)(ii) with regard to novelty Inventive step or Industrial applicability citations and explanations supporting such statement

1 Statement
Novelty (N) Claims 1-4
Inventive step (IS) Claims 1 13
Industrial applicability (IA) Claims

2 Citations and explanations
see separate sheet

**WRITTEN OPINION
SEPARATE SHEET**

International application No PCT/NL01/00429

Re Item V

Reasoned statement under Rule 66 2(a)(ii) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability, citations and explanations supporting such statement

Reference is made to the following document

D1 GB 1 138 750 A

1 Novelty

The present application does not satisfy the criterion as set forth in Article 33(2) PCT because the subject matter of claims 1 to 4 is not new in view of D1

The document D1 describes a process for the production of cyclohexanone oxime in which an aqueous reaction medium containing phosphate and hydroxylammonium obtained in a hydroxylammonium synthesis zone is cycled to a cyclohexanone oxime synthesis zone together with cyclohexanone and toluene. Since the toluene stream fed to the reaction zone does contain cyclohexanone the ratio f_p/f_c is in fact less than 1 and not equal to 1 as stated by the Applicant (see present application description page 4 line 5). Consequently the subject matter of claims 1 to 4 is not new in view of D1.

2 Inventive Step

The present application does not satisfy the criterion as set forth in Article 33(2) PCT because the subject-matter of claims 1 to 13 is not regarded as inventive for the following reason:

2.1 It is obvious that the subject matter of claims 1 to 4 which is not new cannot be regarded as inventive either.

2.2 To the subject matter of claims 5 to 13 the following applies:

In view of D1 which is considered as representing the closest prior art, the problem underlying the present application can be defined as providing an alternative process for the preparation of cyclohexanone oxime. The features and/or variations disclosed in the dependent claims 5 to 13 can be regarded as common practice for the person skilled in the art in order to provide an alternative process for the preparation of cyclohexanone oxime. Consequently dependent claims 5 to 13 do not contain any fea

**WRITTEN OPINION
SEPARATE SHEET**

International application No PCT/NL01/00429

tures which in combination with the features of any claim to which they refer meet the requirements of the PCT in respect of inventive step

2 3 It should be noted that in view of the comparative examples disclosed in the application neither the cyclohexanone oxime concentration in the organic exiting medium nor the " joint content" as defined in claim 13 seem to be suitable parameters to define a possible improvement of the present process over the prior art because the values of these parameters in the comparative examples fall within the scope of the claims. Furthermore it should be noted that the term "joint-content" as such is unclear

JCE/2L (F01)

DSM N V**DSM** 

DSM Patents & Trademarks

Office Geleen
 Koestraat 3 6167 RA Geleen
 P.O. Box 9 6160 MA Geleen The Netherlands
 Telephone (31) 46 4761805 Telefax (31) 46 4761830

RECEIVED

BY TELEFAX AND CONFIRMATION COPY

European Patent Office
 Patentlaan 2
 2288 EE RIJSWIJK

CONFIRMATION COPY

Amik 220g

Your reference

Our reference

Direct line

Geleen

3763WO

(+31)46-4760862

12 August 2002

International application No PCT/NL01/00429
 DSM N V

This is in reply to the Written Opinion dated 10 June 2002

1 Amendments

Applicant files a set of amended claims. In order to show the changes a set in the correction mode is filed for the examiner's convenience.

It is now emphasized that the cyclohexanone oxime synthesis zone comprises reaction zone (B) and extraction zone (C).

Basis for the amendments can be found on page 7 lines 13 to 28 as well as in the description of the embodiment from page 9 lines 27 to page 10 line 13 in combination with figure 1 in particular.

cyclohexanone oxime synthesis zone comprises a reaction zone (B) and an extraction zone (C) see e.g. page 7 lines 13 21 and page 9 28-29

element (i) see page 7 lines 19-21 and figure 1

element (ii) cyclohexanone being fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone between the reaction zone (B) and the extraction zone (C) see page 7 lines 24 25 and figure 1

element (iii) see page 7 lines 13 16

element (iv) see page 7 lines 17 18

Patents/Trademarks/Designs
 W.C.R. Houtgast ¹ J.A.P. Houtgast ² J.G.M. Nieuwenhuis ³
 M.S.M. Jacobs ⁴ P.H.M. van Bokhoven ⁵ J.H.J. den Hartog
 P.M. Brouwer ⁶ E.R.A. Maslowicz ⁷ J.M.A. Deutzberg
 M.M.H.J. Schmeitz ⁸ W. Kraggen ⁹ A. Dorrestijn ¹⁰ W. Blauk Roos ¹¹
 I. Schelkun ¹² M. van Heuvel ¹³ J.J. Mook ¹⁴ C.A. van Tol-Kraus ¹⁵
 I.M.M. Verheijen ¹⁶ G.C. Hoogendam ¹⁷ W.J.A. Habets ¹⁸
 E.E.H. Hermans ¹⁹ J. Rinkens ²⁰ J.C. Eberts ²¹

¹ Fumagalli Patent Attorney, 2 Octrooigemachtigde, 3 Belgisch Octrooigemachtigde, 4 Duitse Octrooigemachtigde, 5 Nederlandse Octrooigemachtigde, 6 Europese Octrooigemachtigde, 7 Belgische Octrooigemachtigde, 8 Duitse Octrooigemachtigde, 9 Nederlandse Octrooigemachtigde, 10 Europese Octrooigemachtigde, 11 Belgische Octrooigemachtigde, 12 Duitse Octrooigemachtigde, 13 Nederlandse Octrooigemachtigde, 14 Europese Octrooigemachtigde, 15 Belgische Octrooigemachtigde, 16 Duitse Octrooigemachtigde, 17 Nederlandse Octrooigemachtigde, 18 Europese Octrooigemachtigde, 19 Belgische Octrooigemachtigde, 20 Duitse Octrooigemachtigde, 21 Nederlandse Octrooigemachtigde.

DSM N V | Trade Register Number 14022068

13/002
Amik

F

DSM N V

DSM 

DSM Patents & Trademarks

Office Gelsen

3763WO

12 August 2002

2

2 Novelty

Applicant submits that amended claims 1 and 2 are novel over D1

It is emphasized that the cyclohexanone oxime synthesis zone as defined in present claims comprises a reaction zone (B) and an extraction zone (C). The positions of these zones relative to each other is clear from the wording in element (ii) of the claims that cyclohexanone is fed to cyclohexanone oxime synthesis zone between reaction zone (B) and extraction zone (C).

In view of the above the cyclohexanone oxime synthesis zone is to be seen as one system including reaction zone (B) and extraction zone (C). The flows f_h and f_c refer to the flows to the cyclohexanone oxime synthesis zone and not to internal flows within the system of reaction zone (B) and extraction zone (C).

In D1 see figure 1 and page 2 column 2 lines 105-150 a reaction zone (reactor A) is present as well as an extraction zone (reactor B) cyclohexanone being fed into the system between (A) and (B) i.e. via line 2. In accordance with the present claim language the cyclohexanone oxime synthesis zone comprises zone (A) and zone (B) of figure 1 of D1.

We submit that in D1 the ratio f_h/f_c is 1.00. The only flows to the cyclohexanone oxime synthesis zone (combined zone A and B) are lines 1, 2 and 7. Flows 3 (although containing cyclohexanone as correctly stated by the examiner) and 8 are internal flows within the cyclohexanone oxime synthesis zone and do accordingly not contribute to the ratio f_h/f_c . In examples I and II (example III will not be discussed as it relates to different system (based on a sulfate buffer no phosphate present)) the ratio $f_h/f_c = 1.00$ as will be shown below.

Referring to example I the flow via line 7 contains 400 kmol of toluene and 20 kmol of water hence neither hydroxylammonium nor cyclohexanone (see page 3 2nd column lines 98-103). Via line 1 65 kmol of hydroxylammonium are fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (see page 3 2nd column line 67) and via line 2 65 kmol of cyclohexanone oxime are fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (see page 3 2nd column line 81). Although flow 3 indeed contains cyclohexanone this does not contribute to the ratio f_h/f_c as this is an internal flow within the cyclohexanone oxime synthesis zone. Hence the ratio $f_h/f_c = 1.00$ (65/65). Likewise in example II the flow via line 7 contains 200 kmol of toluene and 10 kmol of water hence neither hydroxylammonium nor cyclohexanone (see page 4 1st column lines 60-62). Via line 1 65 kmol of hydroxylammonium are fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (see page 4 1st column line 36) and via line 2 65 kmol of cyclohexanone oxime are fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (see page 4 1st column line 44). Hence the ratio $f_h/f_c = 1.00$ (65/65).

According to the present invention the ratio $f_h/f_c < 1.00$. As this feature is not disclosed in D1 we submit that the present claims 1 and 2 and the dependent claims are novel over D1.

DSM N V
DSM Patents & Trademarks

DSM 

Office Gideon

3763WO

12 August 2002

- 3 -

3 Inventive step

We submit that the process according to claims 1 and 2 involves an inventive step

The feature distinguishing the process according to claims 1 and 2 from that of D1 is that $f_n/f_c < 1.00$

This feature solves the problem that the concentration cyclohexanone and cyclohexanone oxime (which poison the catalyst) in the aqueous reaction medium exiting the cyclohexanone oxime is decreased (see page 3 line 23-26). The fact that this problem is solved is clearly demonstrated when example I is compared with comparative experiment A and when example II is compared with comparative experiment B.

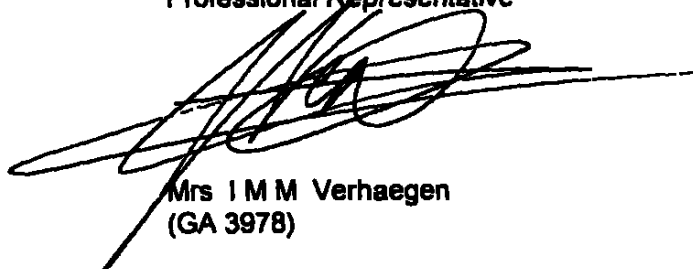
We submit that this solution to this problem is not obvious since it is neither disclosed nor suggested by the prior art.

As claims 1 and 2 involve an inventive step we submit that the dependent claims also involve an inventive step.

4 Further remarks

It is respectfully submitted that it is clear that the term joint content of cyclohexanone and cyclohexanone oxime means cyclohexanone content plus the cyclohexanone oxime content this being indicated by the word joint.

Professional Representative



Mrs I M M Verhaegen
(GA 3978)

Enclosures with confirmation copy

1. Amended claims (3x)
2. Amended claims in correction mode (3x)
3. Confirmation copy

AMENDED CLAIMS

- 1 Process for the production of cyclohexanone oxime in which a phosphate-containing aqueous reaction medium is cycled from a hydroxylammonium synthesis zone (A) to a cyclohexanone oxime synthesis zone and back to the hydroxylammonium synthesis zone (A) in which hydroxylammonium synthesis zone hydroxylammonium is formed by catalytic reduction of nitrate with hydrogen which cyclohexanone oxime synthesis zone comprises a reaction zone (B) and an extraction zone (C) said process comprising
 - (i) feeding the aqueous reaction medium to reaction zone (B) and from reaction zone (B) to extraction zone (C)
 - (ii) feeding cyclohexanone and an organic solvent into the cyclohexanone oxime synthesis zone cyclohexanone being fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone between the reaction zone (B) and the extraction zone (C)
 - (iii) in said reaction zone (B) reacting hydroxylammonium with cyclohexanone to form cyclohexanone oxime by contacting the aqueous reaction medium with a stream containing the cyclohexanone and the organic solvent
 - (iv) in said extraction zone (C) contacting the aqueous reaction medium and the organic solvent
 - (v) withdrawing an organic medium comprising the organic solvent and cyclohexanone oxime from the cyclohexanone oxime synthesis zone and wherein the ratio $f_h/f_c < 1.00$ wherein

f_h represents the molar quantity of hydroxylammonium fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s) and

f_c represents the molar quantity of cyclohexanone fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s)
- 2 Process for the production of cyclohexanone oxime in a cyclohexanone oxime synthesis zone said cyclohexanone oxime synthesis zone comprising a reaction zone (B) and an extraction zone (C) said process comprising
 - (i) feeding an aqueous reaction medium containing hydroxylammonium phosphate and nitrate to reaction zone (B) and from reaction zone (B) to extraction zone (C)
 - (ii) feeding cyclohexanone and an organic solvent into a cyclohexanone

AMENDED CLAIMS (continued)

oxime synthesis zone cyclohexanone being fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone between the reaction zone (B) and the extraction zone (C)

(iii) in said reaction zone (B) reacting hydroxylammonium with cyclohexanone to form cyclohexanone oxime by contacting the aqueous reaction medium with a stream containing the cyclohexanone and the organic solvent

(iv) in said extraction zone (C) contacting the aqueous reaction medium and the organic solvent

(v) withdrawing an organic medium comprising the organic solvent and cyclohexanone oxime from the cyclohexanone oxime synthesis zone

wherein the ratio $f_h/f_c < 1.00$ wherein

f_h represents the molar quantity of hydroxylammonium fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s)

f_c represents the molar quantity of cyclohexanone fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s)

- 3 Process according to claim 1 or claim 2 characterized in that the ratio $f_h/f_c < 0.99$
- 4 Process according to claim 3 characterized in that the ratio $f_h/f_c < 0.98$
- 5 Process according to any one of claims 1 to 4 characterized in that the cyclohexanone oxime concentration in the organic medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 25 wt %
- 6 Process according to claim 5 characterized in that the cyclohexanone oxime concentration in the organic medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 30 wt %
- 7 Process according to claim 6 characterized in that the cyclohexanone oxime concentration in the organic medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 35 wt %
- 8 Process according to any one of claims 1 to 7 characterized in that the concentration hydroxylammonium in the aqueous reaction medium entering the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 0.7 mol/l
- 9 Process according to claim 8 characterized in that the concentration hydroxylammonium in the aqueous reaction medium entering the

AMENDED CLAIMS (continued)

- cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 1.0 mol/l
- 10 Process according to any one of claims 1 to 9 characterized in that the aqueous reaction medium and a stream comprising the cyclohexanone and the organic solvent are contacted in countercurrent flow
- 11 Process according to any one of claims 1 to 10 characterized in that the organic solvent is selected from the group consisting of benzene, toluene, xylene, methylcyclopentane, cyclohexane and mixtures thereof
- 12 Process according to any one of claims 1 to 11, characterized in that the phosphate concentration in the aqueous reaction medium entering the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 2.0 mol/l
- 13 Process according to any one of claims 1 to 12 characterized in that the joint content of cyclohexanone and cyclohexanone oxime in the aqueous reaction medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is below 0.2 wt %

AMENDED CLAIMS (correction mode)

- 1 Process for the production of cyclohexanone oxime in which a phosphate-containing aqueous reaction medium is cycled from a hydroxylammonium synthesis zone (A) to a cyclohexanone oxime synthesis zone and back to the hydroxylammonium synthesis zone (A) in which hydroxylammonium synthesis zone hydroxylammonium is formed by catalytic reduction of nitrate with hydrogen which cyclohexanone oxime synthesis zone comprises a reaction zone (B) and an extraction zone (C), said process comprising,
- (i) feeding the aqueous reaction medium to reaction zone (B), and from reaction zone (B) to extraction zone (C),
- (ii) and in which cyclohexanone oxime synthesis zone hydroxylammonium is reacted with cyclohexanone to form cyclohexanone oxime the feeding cyclohexanone and an organic solvent being fed into the cyclohexanone oxime synthesis zone cyclohexanone being fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone between the reaction zone (B) and the extraction zone (C),
- (iii) in said reaction zone (B), reacting hydroxylammonium with cyclohexanone to form cyclohexanone oxime by contacting the aqueous reaction medium with a stream containing the cyclohexanone and the organic solvent,
- (iv) in said extraction zone (C), contacting the aqueous reaction medium and the organic solvent,
- (v) withdrawing an organic medium comprising the organic solvent and cyclohexanone oxime being withdrawn from the cyclohexanone oxime synthesis zone, and
- characterized wherein that the ratio $f_h/f_c < 1.00$ wherein
 f_h represents the molar quantity of hydroxylammonium fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s) and
 f_c represents the molar quantity of cyclohexanone fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s)
- 2 Process for the production of cyclohexanone oxime in a cyclohexanone oxime synthesis zone, said cyclohexanone oxime synthesis zone comprising a reaction zone (B) and an extraction zone (C), said process comprising
- (i) feeding in which (i) an aqueous reaction medium containing

hydroxylammonium phosphate and nitrate to reaction zone (B), and from reaction zone (B) to extraction zone (C)

—(ii)—feeding cyclohexanone and (iii)—an organic solvent are fed into a cyclohexanone oxime synthesis zone cyclohexanone being fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone between the reaction zone (B) and the extraction zone (C).

—(iii)—in said reaction zone (B), reacting in which hydroxylammonium is reacted with cyclohexanone to form cyclohexanone oxime by contacting the aqueous reaction medium with a stream containing the cyclohexanone and the organic solvent.

—(iv)—in said extraction zone (C), contacting the aqueous reaction medium and the organic solvent.

—(v)—withdrawing an organic medium comprising the organic solvent and cyclohexanone oxime being withdrawn from the cyclohexanone oxime synthesis zone

characterized in that characterized in that wherein the ratio $f_h/f_c < 1.00$ wherein f_h represents the molar quantity of hydroxylammonium fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s) f_c represents the molar quantity of cyclohexanone fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s)

3 Process according to claim 1 or claim 2 characterized in that the ratio $f_h/f_c < 0.99$

4 Process according to claim 3 characterized in that the ratio $f_h/f_c < 0.98$

5 Process according to any one of claims 1 to 4 characterized in that the cyclohexanone oxime concentration in the organic medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 25 wt %

6 Process according to claim 5 characterized in that the cyclohexanone oxime concentration in the organic medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 30 wt %

7 Process according to claim 6 characterized in that the cyclohexanone oxime concentration in the organic medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 35 wt %

8 Process according to any one of claims 1 to 7 characterized in that the concentration hydroxylammonium in the aqueous reaction medium entering the

- cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 0.7 mol/l
- 9 Process according to claim 8 characterized in that the concentration of hydroxylammonium in the aqueous reaction medium entering the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 1.0 mol/l
- 10 Process according to any one of claims 1 to 9 characterized in that the aqueous reaction medium and a stream comprising the cyclohexanone and the organic solvent are contacted in countercurrent flow
- 11 Process according to any one of claims 1 to 10 characterized in that the organic solvent is selected from the group consisting of benzene, toluene, xylene, methylcyclopentane, cyclohexane, and mixtures thereof
- 12 Process according to any one of claims 1 to 11 characterized in that the phosphate concentration in the aqueous reaction medium entering the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 2.0 mol/l
- 13 Process according to any one of claims 1 to 12 characterized in that the joint content of cyclohexanone and cyclohexanone oxime in the aqueous reaction medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is below 0.2 wt %

PATENT COOPERATION TREATY

2509

32

From the
INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINING AUTHORITY

To

Van Tol Koutstaal C A
DSM Patents & Trademarks
P O BOX 9
NL-6160 MA Geleen
PAYS BAS

13 SEP 2002

BA Reg 5994

PCT

NOTIFICATION OF TRANSMITTAL OF THE INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Rule 71.1)

Date of mailing
(day/month/year) 12 09 2002

Applicant's or agent's file reference
3763WO

IMPORTANT NOTIFICATION

International application No
PCT/NL01/00429

International filing date (day/month/year)
31/05/2001

Priority date (day/month/year)
05/06/2000

Applicant
DSM N V

- 1 The applicant is hereby notified that this International Preliminary Examining Authority transmits herewith the international preliminary examination report and its annexes if any established on the international application
- 2 A copy of the report and its annexes if any is being transmitted to the International Bureau for communication to all the elected Offices
- 3 Where required by any of the elected Offices the International Bureau will prepare an English translation of the report (but not of any annexes) and will transmit such translation to those Offices

4 REMINDER

The applicant must enter the national phase before each elected Office by performing certain acts (filing translations and paying national fees) within 30 months from the priority date (or later in some Offices) (Article 39(1)) (see also the reminder sent by the International Bureau with Form PCT/IB/301)

Where a translation of the international application must be furnished to an elected Office that translation must contain a translation of any annexes to the international preliminary examination report. It is the applicant's responsibility to prepare and furnish such translation directly to each elected Office concerned.

For further details on the applicable time limits and requirements of the elected Offices see Volume II of the PCT Applicant's Guide.

For the purpose of deciding whether the claimed invention is patentable or not the elected Offices may apply criteria additional to or different from the criteria on which the international preliminary examination report is based (see Articles 27(5) 33(5)). Additional criteria may include e.g. exemptions from patentability and the requirements of enabling disclosure and of clarity and support of claims.

Name and mailing address of the IPEA/



European Patent Office P B 5818 Patentlaan 2
NL-2280 HV Rijswijk Pays Bas
Tel +31 70 340 2040 Tx 31 651 epo nl
Fax +31 70 340 3018

Authorized officer

Cardenas C

Tel +31 70 340-3370



PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 3763WO		FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No PCT/NL01/00429	International filing date (day/month/year) 31/05/2001	Priority date (day/month/year) 05/06/2000	
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C07C251/44			
Applicant DSM N V			
1 This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36 2 This REPORT consists of a total of 5 sheets including this cover sheet ☒ This report is also accompanied by ANNEXES i.e. sheets of the description claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70 16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT) These annexes consist of a total of 1-3 sheets			
3 This report contains indications relating to the following items I ☒ Basis of the report II ☐ Priority III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty inventive step and industrial applicability IV ☐ Lack of unity of invention V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty inventive step or industrial applicability citations and explanations supporting such statement VI ☐ Certain documents cited VII ☐ Certain defects in the international application VIII ☐ Certain observations on the international application			
Date of submission of the demand 18/12/2001		Date of completion of this report 12 09 2002	
Name and mailing address of the international preliminary examining authority  European Patent Office P B 5818 Patentlaan 2 NL-2280 HV Rijswijk Pays Bas Tel +31 70 340 2040 Tx 31 651 apo nl Fax +31 70 340 3016		Authorized officer Zervas B Telephone No +31 70 340 3667 	

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No PCT/NL01/00429

I Basis of the report

- 1 With regard to the elements of the international application (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rules 70 16 and 70 17)*)

Description pages

1 12 as originally filed

Claims No

1 13 as received on 14/08/2002 with letter of 12/08/2002

Drawings sheets

1 as originally filed

- 2 With regard to the language all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed unless otherwise indicated under this item

These elements were available or furnished to this Authority in the following language which is

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of the international search (under Rule 23 1(b))
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48 3(b))
- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55 2 and/or 55 3)

- 3 With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing

- ☐ contained in the international application in written form
- ☐ filed together with the international application in computer readable form
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished

- 4 The amendments have resulted in the cancellation of

- ☐ the description pages
- ☐ the claims Nos

INTERNATIONAL PRELIMINARY
EXAMINATION REPORT

International application No PCT/NL01/00429

- ☐ the drawings sheets
- 5 ☒ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made since they have been considered to go beyond the disclosure as filed (Rule 70.2(c))
(Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report)
see separate sheet

6 Additional observations If necessary

V Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty Inventive step or Industrial applicability
citations and explanations supporting such statement

1 Statement

Novelty (N)	Yes	Claims	5 13
	No	Claims	1-4
Inventive step (IS)	Yes	Claims	
	No	Claims	1 13
Industrial applicability (IA)	Yes	Claims	1 13
	No	Claims	

- 2 Citations and explanations
see separate sheet

INTERNATIONAL PRELIMINARY

International application No

PCT/NL01/00429**EXAMINATION REPORT - SEPARATE SHEET**

Re Item I**Basis of the report**

The amended claims 1 and 2 and consequently the dependent claims 3 to 13 have been considered as going beyond the disclosure as originally filed (Rule 70 2(c) PCT) for the following reason. The new claims 1 and 2 are based on a preferred embodiment (see page 7 of the description and figure 1) however in this preferred embodiment the aqueous reaction medium and the stream comprising the cyclohexanone and the organic solvent are contacted in **countercurrent flow** whereas the amended claims as presently worded would disclose any manner of contact of the aqueous reaction medium and the stream comprising the cyclohexanone and the organic solvent

Re Item V

Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability, citations and explanations supporting such statement

Reference is made to the following document

D1 GB 1 138 750 A

1 Novelty

The present application does not satisfy the criterion as set forth in Article 33(2) PCT because the subject matter of claims 1 to 4 is not new in view of D1

The document D1 describes a process for the production of cyclohexanone oxime in which an aqueous reaction medium containing phosphate and hydroxylammonium obtained in a hydroxylammonium synthesis zone is cycled to a cyclohexanone oxime synthesis zone together with cyclohexanone and toluene. Since the toluene stream fed to the reaction zone does contain cyclohexanone the ratio f_r/f_o is in fact less than 1 and not equal to 1 as stated by the Applicant (see present application description page 4 line 5). Consequently the subject matter of claims 1 to 4 is not new in view of D1

2 Inventive Step

The present application does not satisfy the criterion as set forth in Article 33(2) PCT because the subject-matter of claims 1 to 13 is not regarded as inventive for the following reason

INTERNATIONAL PRELIMINARY

International application No PCT/NL01/00429

EXAMINATION REPORT - SEPARATE SHEET

2 1 It is obvious, that the subject-matter of claims 1 - 4 which is not new cannot be regarded as inventive either

2 2 To the subject-matter of claims 5 to 13 the following applies

In view of D1 which is considered as representing the closest prior art the problem underlying the present application can be defined as providing an alternative process for the preparation of cyclohexanone oxime The features and/or variations disclosed in the dependent claims 5 to 13 can be regarded as common practice for the person skilled in the art in order to provide an alternative process for the preparation of cyclohexanone oxime Consequently dependent claims 5 to 13 do not contain any features which in combination with the features of any claim to which they refer meet the requirements of the PCT in respect of inventive step

3 Remark

It should be noted that if the amended set of claims would have been allowable the application could have fulfilled the requirements of Articles 33(2) and 33(3) PCT

14-08 2002

NL0100429

EPO - DG 1
14 08. 2002 3763WO
(54)

Enclosure 1.1

AMENDED CLAIMS

- 1 Process for the production of cyclohexanone oxime in which a phosphate-containing aqueous reaction medium is cycled from a hydroxylammonium synthesis zone (A) to a cyclohexanone oxime synthesis zone and back to the hydroxylammonium synthesis zone (A) in which hydroxylammonium synthesis zone hydroxylammonium is formed by catalytic reduction of nitrate with hydrogen which cyclohexanone oxime synthesis zone comprises a reaction zone (B) and an extraction zone (C) said process comprising
 - (i) feeding the aqueous reaction medium to reaction zone (B) and from reaction zone (B) to extraction zone (C)
 - (ii) feeding cyclohexanone and an organic solvent into the cyclohexanone oxime synthesis zone cyclohexanone being fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone between the reaction zone (B) and the extraction zone (C)
 - (iii) In said reaction zone (B) reacting hydroxylammonium with cyclohexanone to form cyclohexanone oxime by contacting the aqueous reaction medium with a stream containing the cyclohexanone and the organic solvent
 - (iv) in said extraction zone (C) contacting the aqueous reaction medium and the organic solvent
 - (v) withdrawing an organic medium comprising the organic solvent and cyclohexanone oxime from the cyclohexanone oxime synthesis zone and wherein the ratio $f_h/f_c < 1.00$ wherein
$$f_h$$
 represents the molar quantity of hydroxylammonium fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s) and
$$f_c$$
 represents the molar quantity of cyclohexanone fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s)
- 2 Process for the production of cyclohexanone oxime in a cyclohexanone oxime synthesis zone said cyclohexanone oxime synthesis zone comprising a reaction zone (B) and an extraction zone (C) said process comprising
 - (i) feeding an aqueous reaction medium containing hydroxylammonium phosphate and nitrate to reaction zone (B) and from reaction zone (B) to extraction zone (C)
 - (ii) feeding cyclohexanone and an organic solvent into a cyclohexanone

AMENDED SHEET

14-08 2002

NL010042

Enclosure 1 2

3763WO

AMENDED CLAIMS (continued)

oxime synthesis zone cyclohexanone being fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone between the reaction zone (B) and the extraction zone (C)

(iii) in said reaction zone (B) reacting hydroxylammonium with cyclohexanone to form cyclohexanone oxime by contacting the aqueous reaction medium with a stream containing the cyclohexanone and the organic solvent

(iv) in said extraction zone (C) contacting the aqueous reaction medium and the organic solvent

(v) withdrawing an organic medium comprising the organic solvent and cyclohexanone oxime from the cyclohexanone oxime synthesis zone

wherein the ratio $f_h/f_c < 1.00$ wherein

f_h represents the molar quantity of hydroxylammonium fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s)

f_c represents the molar quantity of cyclohexanone fed to the cyclohexanone oxime synthesis zone per unit of time (in mol/s)

- 3 Process according to claim 1 or claim 2 characterized in that the ratio $f_h/f_c < 0.99$
- 4 Process according to claim 3 characterized in that the ratio $f_h/f_c < 0.98$
- 5 Process according to any one of claims 1 to 4 characterized in that the cyclohexanone oxime concentration in the organic medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 25 wt %
- 6 Process according to claim 5 characterized in that the cyclohexanone oxime concentration in the organic medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 30 wt %
- 7 Process according to claim 6 characterized in that the cyclohexanone oxime concentration in the organic medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 35 wt %
- 8 Process according to any one of claims 1 to 7 characterized in that the concentration hydroxylammonium in the aqueous reaction medium entering the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 0.7 mol/l
- 9 Process according to claim 8 characterized in that the concentration hydroxylammonium in the aqueous reaction medium entering the

AMENDED SHEET

Enclosure 133763WOAMENDED CLAIMS (continued)

- cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 1.0 mol/l
- 10 Process according to any one of claims 1 to 9 characterized in that the aqueous reaction medium and a stream comprising the cyclohexanone and the organic solvent are contacted in countercurrent flow
- 11 Process according to any one of claims 1 to 10 characterized in that the organic solvent is selected from the group consisting of benzene, toluene, xylene, methylcyclopentane, cyclohexane, and mixtures thereof
- 12 Process according to any one of claims 1 to 11 characterized in that the phosphate concentration in the aqueous reaction medium entering the cyclohexanone oxime synthesis zone is higher than 2.0 mol/l
- 13 Process according to any one of claims 1 to 12 characterized in that the joint content of cyclohexanone and cyclohexanone oxime in the aqueous reaction medium exiting the cyclohexanone oxime synthesis zone is below 0.2 wt %

AMENDED SHEET

41

TRATADO DE C O P E R A C I O N E N M A T E R I A D E P A T E N T E S
PCT
INFORME EXAMEN PRELIMINAR INTERNACIONAL
(PCT artículo 36 y regla 70)

Referencia del solicitante o agente 3763WO	PARA PROSEGUIR Ver notificación de la transmisión del examen preliminar internacional (formato PCT/IPEA/416)	
No Solicitud Internacional PCT/NL01/00429	Fecha de presentación internacional (día/mes/año) 31/05/2001	Fecha de prioridad (día/mes/año) 05/06/2000
Clasificación Internacional de Patentes (IPC) o clasificación nacional e IPC C07C251/44		
Solicitante DSM N V		

1 Este examen preliminar internacional ha sido preparado por esta Autoridad encargada del Examen Preliminar Internacional y es transmitida al solicitante de acuerdo con el artículo 36 2 Este INFORME consiste de un total de 5 páginas incluyendo esta hoja <u>X</u> Este Informe también está acompañado por ANEXOS esto es hojas de la descripción reivindicaciones y/o dibujos los cuales han sido modificados y son la base para este informe y/o hojas que contienen rectificaciones presentadas ante esta Autoridad (ver Regla 70 16 y Sección 607 de las Instrucciones Administrativas bajo el PCT) Estos anexos consisten en un total de 1 3 hojas																								
3 Este informe contiene indicaciones que se relacionan con los siguientes puntos <table><tr><td>I</td><td><u>X</u></td><td>Base del Informe</td></tr><tr><td>II</td><td>___</td><td>Prioridad</td></tr><tr><td>III</td><td>___</td><td>El no-establecimiento de opinión en relación con la novedad nivel inventivo y aplicación industrial</td></tr><tr><td>IV</td><td>___</td><td>Falta de unidad de invención</td></tr><tr><td>V</td><td><u>X</u></td><td>Declaración motivada bajo el Art. 35(2) con relación a la novedad nivel inventivo o aplicación industrial citaciones y explicaciones que soportan dicha declaración</td></tr><tr><td>VI</td><td>___</td><td>Ciertos documentos citados</td></tr><tr><td>VII</td><td>___</td><td>Ciertos defectos en la solicitud internacional</td></tr><tr><td>VIII</td><td>___</td><td>Ciertas observaciones en la solicitud internacional</td></tr></table>	I	<u>X</u>	Base del Informe	II	___	Prioridad	III	___	El no-establecimiento de opinión en relación con la novedad nivel inventivo y aplicación industrial	IV	___	Falta de unidad de invención	V	<u>X</u>	Declaración motivada bajo el Art. 35(2) con relación a la novedad nivel inventivo o aplicación industrial citaciones y explicaciones que soportan dicha declaración	VI	___	Ciertos documentos citados	VII	___	Ciertos defectos en la solicitud internacional	VIII	___	Ciertas observaciones en la solicitud internacional
I	<u>X</u>	Base del Informe																						
II	___	Prioridad																						
III	___	El no-establecimiento de opinión en relación con la novedad nivel inventivo y aplicación industrial																						
IV	___	Falta de unidad de invención																						
V	<u>X</u>	Declaración motivada bajo el Art. 35(2) con relación a la novedad nivel inventivo o aplicación industrial citaciones y explicaciones que soportan dicha declaración																						
VI	___	Ciertos documentos citados																						
VII	___	Ciertos defectos en la solicitud internacional																						
VIII	___	Ciertas observaciones en la solicitud internacional																						

Fecha de presentación de la demanda 18/12/2001	Fecha en que se completó este informe 13 09 2002
Nombre y dirección de la autoridad encargada del examen preliminar internacional Oficina de Patentes Europea D-80298 Munich Tel +49 89 2399-0 Tx: 523656 epmu d Fax +49 89 2399 - 4465	Oficial autorizado ZERVAS B Teléfono +31 70 340 3667

INFORME DEL EXAMEN PRELIMINAR INTERNACIONAL

Solicitud internacional No PCT/NL01/00429

I BASE DEL INFORME

- 1 En relación con los elementos de la solicitud internacional (las hojas de reemplazo que han sido suministradas a la oficina receptora como respuesta a la invitación bajo el artículo 14 serán referidas como presentadas originalmente" y no están anexas a este Informe debido a que no contienen modificaciones (Regla 70 16 y 70 17))

CAPITULO DESCRIPTIVO PAGINAS

1 12 Como fueron presentadas originalmente

REIVINDICACIONES, No

1 13 Como fueron recibidas el 14/08/2002 con la carta de 12/08/2002

DIBUJOS, HOJAS

1 Como fueron presentadas originalmente

- 2 En relación con el idioma todos los elementos marcados anteriormente fueron suministrados a esta Autoridad en el idioma en que la solicitud internacional fue presentada a menos que se indique lo contrario bajo este punto

Estos elementos fueron suministrados o estaban disponibles para esta autoridad en el siguiente idioma el cual es

☐ El idioma de la traducción aportada a efectos de la búsqueda internacional (bajo la Regla 23 1(b))

☐ El idioma de publicación de la solicitud internacional (bajo la Regla 48 3(b))

☐ El idioma de la traducción suministrada para efecto del examen preliminar internacional (bajo la Regla 55 2 y/o 55 3)

- 3 Respecto a cualquier secuencia nucleótido y/o aminoácido revelado en la solicitud internacional el examen preliminar internacional fue llevado a cabo con base en la lista de secuencias

☐ Contenidas en la solicitud internacional de forma escrita

☐ Presentadas junto con la solicitud internacional en forma legible por computador

☐ Aportada posteriormente a esta Autoridad en forma escrita

☐ Suministrada posteriormente a esta Autoridad en forma legible por computador

☐ La declaración de que la lista de secuencias aportada posteriormente en forma escrita no va más allá que lo revelado en la solicitud internacional como fue presentada

☐ La declaración de que la información inscrita en forma legible por computador es idéntica a la lista de secuencias en forma escrita aportada

- 4 Las modificaciones han resultado en la cancelación de

☐ El capítulo descriptivo páginas

☐ Las reivindicaciones Nos

☐ Los dibujos hojas

INFORME DEL EXAMEN
PRELIMINAR INTERNACIONAL

Solicitud internacional No PCT/NL01/00429

5 X Este informe ha sido establecido como si (algunas de) las modificaciones no hubieran sido efectuadas debido a que se ha considerado que van más allá de lo reivindicado mediante la solicitud internacional

(A cualquier hoja de reemplazo que contenga dichas modificaciones debe hacerse referencia bajo el punto 1 y ser anexada a este informe)

ver hoja anexa

6 Observaciones adicionales si necesarias

V Declaración motivada bajo el Art. 35(2) con relación a la novedad nivel inventivo o aplicación Industrial citasiones y explicaciones que sustentan dicha declaración

1 Declaración

Novedad	SI	Reivindicaciones 5 13
	NO	Reivindicaciones 1-4
Nivel inventivo	SI	Reivindicaciones
	NO	Reivindicaciones 1 13
Aplicación Industrial	SI	Reivindicaciones 1-13
	NO	Reivindicaciones

2 Citaciones y explicaciones
Ver hoja anexa

INFORME DEL EXAMEN PRELIMINAR INTERNACIONAL

Solicitud internacional No PCT/NL01/00429

Re ítem I

Base del Informe

Las reivindicaciones modificadas 1 y 2 y por lo tanto las reivindicaciones dependientes 3 a 13 son consideradas que van más allá de lo reivindicado originalmente (Regla 70.2 (c) PCT) por la siguiente razón. Las nuevas reivindicaciones 1 y 2 están basadas en una incorporación preferida (ver página 7 de la descripción y figura 1) sin embargo en esta incorporación preferida el medio de reacción acuoso y la corriente que comprende la ciclohexanona y el solvente orgánico están en contacto en el flujo de la contracorriente mientras que en las reivindicaciones modificadas como están descritas actualmente revelaría cualquier forma de contacto de medio de reacción acuoso y la corriente que comprende la ciclohexanona y el solvente orgánico.

Re ítem V

Declaración motivada bajo el Art. 35(2) con relación a la novedad, nivel inventivo o aplicación industrial, citaciones y explicaciones que sustentan dicha declaración

Se hace referencia al siguiente documento

GB 1 138 750 A

1 Novedad

La presente solicitud no satisface el criterio como es dispuesto en el Art. 33 (2) PCT debido a que la materia de las reivindicaciones 1 a 4 no es novedosa en vista de D1

El documento D1 describe un proceso para la producción de la oxima de ciclohexanona en donde el medio de reacción acuoso que contiene fosfato e hidroxilamonio obtenido en una zona de síntesis hidroxilamonio es en ciclado a una zona de síntesis de oxima de ciclohexanona junto con ciclohexanona y tolueno. Tomando en consideración que el flujo de tolueno suministrado a la zona de reacción sí contiene ciclohexanona la proporción f_1/f_2 es de hecho menos que 1 y no igual a 1 como lo establece el solicitante (ver la página 4 línea 5 de la memoria descriptiva de la presente solicitud de patente). Como consecuencia la materia de las reivindicaciones 1 a 4 no es novedosa en vista de D1.

2 Nivel Inventivo

La presente solicitud no satisface el criterio como es dispuesto en el Art. 33 (2) PCT debido a que la materia de las reivindicaciones 1 a 13 no contiene nivel inventivo por las siguientes razones:

2.1 Es obvio que la materia de las reivindicaciones 1 – 4 la cual no es novedosa tampoco contiene nivel inventivo.

2.2 Para la materia de las reivindicaciones 5 a 13 se aplica lo siguiente:

En vista que D1 documento que se considera más cercano al estado de la técnica el problema que se presenta en la presente solicitud puede definirse como el proveer un proceso alternativo para la preparación de la oxima de la ciclohexanona. Las características y/o variaciones reveladas en las reivindicaciones dependientes 5 a 13 pueden ser consideradas como prácticas comunes para una persona versada en la materia técnica para proveer un proceso alternativo para la preparación de la oxima de la ciclohexanona. Como consecuencia las reivindicaciones dependientes 5 a 13 no contienen ninguna característica que en combinación con las características de cualquiera de las reivindicaciones a las cuales hacen referencia cumplen con los requisitos del PCT respecto a nivel inventivo.

3 Observación

Debe tomarse nota de que si se hubiera admitido el nuevo capítulo reivindicatorio la solicitud sí hubiese cumplido con los requisitos de los Artículos 33 (2) y 33 (3) PCT.

PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE LA OXIMA DE LA
CICLOHEXANONA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de la oxima de la ciclohexanona en el cual un medio de reacción acuoso que contiene fosfato se somete a un ciclo de operaciones desde una zona de síntesis de hidroxilammonio hasta una zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona y retorno a la zona de síntesis del hidroxilammonio en cuya zona de síntesis del hidroxilammonio se forma el hidroxilammonio por reducción catalítica de nitrato con hidrógeno y en cuya zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona se hace reaccionar el hidroxilammonio con ciclohexanona para formar la oxima de la ciclohexanona siendo añadidos la ciclohexanona y un disolvente orgánico a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona siendo separado de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona un medio orgánico que comprende el disolvente orgánico y la ciclohexanona

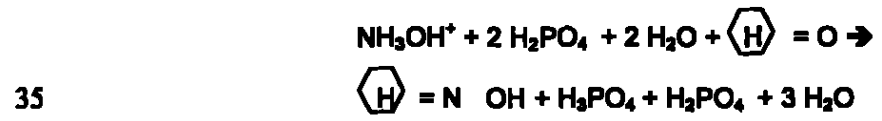
Las oximas pueden ser producidas en un procedimiento en el cual un medio de reacción acuoso tamponado que contiene ácidos o sales ácidas tampón por ejemplo tampones de fosfato y las sales tampón derivadas de estos ácidos se recircula de modo continuo entre una zona de síntesis de hidroxilammonio en la cual los iones nitrato se reducen catalíticamente con hidrógeno molecular hasta hidroxilammonio y una zona de oximación en la que una cetona por ejemplo ciclohexanona se convierte en una oxima. Antes de que se haga pasar el medio de reacción acuoso a la zona de síntesis de hidroxilammonio dicho medio puede ser enriquecido con los iones nitrato necesarios por medio de la adición de ácido nítrico o por absorción de gases nitrosos en el medio de reacción acuoso en cuyo caso el ácido nítrico se forma *in situ*. Después de haber sido enriquecido en hidroxilammonio en la zona de síntesis del hidroxilammonio se hace pasar el medio de reacción acuoso a la zona de síntesis de la oxima en la que el hidroxilammonio reacciona con una cetona por ejemplo ciclohexanona formando la correspondiente oxima. Se puede separar entonces la oxima del medio de reacción acuoso el cual se recircula a la zona de síntesis del hidroxilammonio.

Las reacciones químicas netas que tienen lugar durante el procedimiento se pueden representar por las siguientes ecuaciones

1) Preparación del hidroxilammonio



2) Preparación de la oxima



- 3) Suministro de HNO_3 para compensar el agotamiento de la fuente de iones nitrato después de la separación de la oxima formada



El catalizador usado en la reducción de los iones nitrato es generalmente paladio y/o platino sobre un material soporte de carbono o alúmina estando cargado el material soporte con una cantidad de 1 a 25 % en peso de paladio y/o platino. La actividad del catalizador se ve afectada de modo adverso por la presencia de contaminantes orgánicos tales como la cetona y la oxima en la corriente de recirculación.

Se han desarrollado una serie de técnicas para resolver este problema de la corriente de recirculación que contiene altas cantidades de contaminantes que intoxican o saturan el catalizador. El documento US-A-3 940 442 describe que la saturación del catalizador se evita calentando el medio de reacción acuoso que está siendo recirculado desde la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona hasta la zona de síntesis del hidroxilamonio a una temperatura elevada en el intervalo de 50 °C a 108 °C. Los documentos GB-A-1 283 894 y US-A-3 997 607 describen que el tratamiento por calor del medio de reacción acuoso en presencia de ácido nitroso los respectivos gases nitrosos reducen la extensión de la saturación del catalizador.

Se ha encontrado ahora que una disminución de la relación molar de (hidroxilamonio añadido a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona por unidad de tiempo)/(ciclohexanona añadida a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona por unidad de tiempo) da como resultado una disminución de la concentración de los contaminantes orgánicos en el medio de reacción acuoso que se recircula desde la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona hasta la zona de síntesis del hidroxilamonio. Por tanto la invención proporciona un procedimiento para la producción de la oxima de la ciclohexanona en el cual un medio de reacción acuoso que contiene fosfato se somete a un ciclo de operaciones desde una zona de síntesis de hidroxilamonio hasta una zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona y retorno a la zona de síntesis del hidroxilamonio en cuya zona de síntesis del hidroxilamonio se forma el hidroxilamonio por reducción catalítica de nitrato con hidrógeno y en cuya zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona se hace reaccionar el hidroxilamonio con ciclohexanona para formar la oxima de la ciclohexanona siendo añadidos la ciclohexanona y un disolvente orgánico a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona siendo separado de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona un medio orgánico que comprende el disolvente orgánico y la oxima de la ciclohexanona caracterizado porque la relación f_h/f_o es < 1.00 donde f_h representa la cantidad molar de hidroxilamonio añadida a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona por uni-

dad de tiempo (en moles por unidad de tiempo) y f_c representa la cantidad molar de ciclohexanona añadida a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona por unidad de tiempo (en moles por unidad de tiempo). La invención proporciona también un procedimiento para la producción de la oxima de la ciclohexanona en el cual (I) un medio de reacción acuoso que contiene hidroxilamonio fosfato y nitrato (II) ciclohexanona y (III) un disolvente orgánico se cargan a una zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona en la cual se hace reaccionar el hidroxilamonio con la ciclohexanona para formar la oxima de la ciclohexanona siendo separado de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona un medio orgánico que comprende el disolvente orgánico y la oxima de la ciclohexanona caracterizado porque la relación f_p/f_c es < 1.00

Usando el procedimiento según la invención es posible disminuir la cantidad de contaminantes orgánicos que saturan el catalizador en particular la ciclohexanona y la oxima de la ciclohexanona residuales que entran en la zona de síntesis del hidroxilamonio en circunstancias posteriores iguales. Según la invención es posible también omitir las etapas de separación de los contaminantes orgánicos o disminuir la amplitud a la que se llevan a cabo estas etapas por ejemplo usando un equipo más pequeño con la relación $f_p/f_c < 1.00$ evitando o suavizando un aumento de la cantidad de contaminantes orgánicos que entran en la zona de síntesis de hidroxilamonio. Según la invención es posible también aumentar la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona con la relación $f_p/f_c < 1.00$ evitando o suavizando un aumento de la cantidad de contaminantes orgánicos que entran en la zona de síntesis de hidroxilamonio.

Hay que indicar que el documento GB-A-1 138 750 describe un procedimiento para la producción de la oxima de la ciclohexanona en el cual un medio de reacción acuoso que contiene fosfato e hidroxilamonio obtenido en una zona de síntesis de hidroxilamonio se somete a un ciclo de operaciones hasta una zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona junto con ciclohexanona y tolueno. En el conocido procedimiento la relación f_p/f_c es igual a 1.00. No está descrito que la disminución de dicha relación da como resultado una disminución de la concentración de los contaminantes orgánicos en el medio de reacción acuoso que se recircula desde la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona hasta la zona de síntesis del hidroxilamonio.

Según la invención la relación f_p/f_c es < 1.00 . Preferiblemente la relación f_p/f_c es < 0.99 más preferiblemente menor que 0.98 en particular menor que 0.97. Esta disminución de las relaciones tiene como resultado una disminución adicional de la concentración de los contaminantes orgánicos en el medio de reacción acuoso que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona. No hay ningún límite infe-

rior específico para la relación f_r/f_c . Generalmente la relación f_r/f_c es mayor que 0.5 preferiblemente mayor que 0.7 más preferiblemente mayor que 0.8

En la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona se hace reaccionar el hidroxilammonio con ciclohexanona para formar la oxima de la ciclohexanona. Preferiblemente el medio de reacción acuoso y una corriente que comprende la ciclohexanona y el disolvente orgánico se ponen en contacto en un flujo contracorriente. Éste es un modo muy efectivo de separar la oxima de la ciclohexanona del medio de reacción acuoso. Un procedimiento adecuado es, por ejemplo, el descrito en el documento GB-A-1 138 750. Se puede hacer uso de tipos conocidos de reactores contracorriente tales como, por ejemplo, las columnas pulsadas llenas con partículas de empaquetamiento o reactores de disco rotatorio. También es posible usar un sistema que comprende un número, por ejemplo 3 a 6, de reactores conectados en serie equipados con agitadores, estando también provistos cada uno de estos reactores de un separador líquido-líquido. Preferiblemente el disolvente orgánico tiene una solubilidad en agua menor que 0.1 % en peso a 20 °C. Preferiblemente el disolvente orgánico se selecciona del grupo constituido por benceno, tolueno, xileno, metilciclopentano, ciclohexano y sus mezclas. Muy preferiblemente el disolvente orgánico es tolueno. Preferiblemente la ciclohexanona se disuelve en el disolvente orgánico.

No hay un límite inferior específico para la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona. Generalmente la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es mayor que 5 % en peso. Un aumento de la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona tiene la ventaja de que la separación del disolvente orgánico de la oxima de la ciclohexanona, por ejemplo en un proceso de destilación, se puede realizar usando menos energía. Preferiblemente la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es mayor que 25 % en peso, más preferiblemente mayor que 30 % en peso, particularmente mayor que 35 % en peso, más particularmente mayor que 38 % en peso. Se puede alcanzar un aumento de la concentración de la oxima de la ciclohexanona, por ejemplo reduciendo el caudal del disolvente en la zona de síntesis de la oxima con relación al caudal de la ciclohexanona en la zona de síntesis de la oxima. Generalmente la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es menor que 95 % en peso, preferiblemente menor que 80 % en peso, más preferiblemente menor que 60 % en peso.

Todas las concentraciones de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico se dan con relación a la suma del peso de la oxima de la ciclohexanona más el disolvente orgánico

5 Típicamente el contenido conjunto de la ciclohexanona y de la oxima de la ciclohexanona en el medio de reacción acuoso que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es menor que 0.2 % en peso (2000 ppm) preferiblemente menor que 0.1 % en peso más preferiblemente menor que 0.05 % en peso particularmente menor que 0.02 % en peso más particularmente menor que 0.01 % en peso y muy preferiblemente menor que 0.005 % en peso (con relación al peso del medio de
10 reacción acuoso)

Se ha encontrado en esta invención que un aumento de la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona puede dar como resultado un aumento de la concentración de contaminantes orgánicos en el medio de reacción acuoso que sale de la zona de
15 síntesis del hidroxilamonio. El procedimiento según la invención tiene la ventaja de que con él este efecto se suaviza o se evita.

La zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona puede hacerse funcionar a una temperatura que varía desde 40 a 150 °C y a presión atmosférica sub-atmosférica o elevada preferiblemente entre 0.05 y 0.5 MPa más preferiblemente entre 0.1 y 0.2
20 MPa y muy preferiblemente entre 0.1 y 0.15 MPa. Preferiblemente el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona tiene un pH entre 1 y 8 más preferiblemente entre 1.5 y 4.

No hay un límite inferior específico para la concentración de hidroxilamonio en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona. Generalmente la concentración de hidroxilamonio en el medio de reacción
25 acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es mayor que 0.7 mol/l. Es ventajoso un aumento de la concentración de hidroxilamonio ya que en tonces se puede aumentar la conversión del hidroxilamonio en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona. Además la cantidad de la oxima de la ciclohexanona producida por unidad de tiempo se puede aumentar incrementando la concentración de hidroxilamonio en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona. Preferiblemente la concentración de hidroxilamonio en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es mayor que 0.8 mol/l más preferiblemente mayor que 1.0 mol/l particularmente mayor que 1.2 mol/l más particularmente mayor que 1.4 mol/l y muy preferiblemente mayor que 1.6 mol/l. Un aumento de la concentración de hidroxilamonio en
30
35

el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona se puede alcanzar por ejemplo aumentando el tiempo de residencia en la zona de síntesis del hidroxilamonio y/o aumentando la concentración de nitrato en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis del hidroxilamonio. No hay un límite superior específico para la concentración de hidroxilamonio en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona. Generalmente la concentración de hidroxilamonio en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona está por debajo de 2.5 mol/l.

Se ha encontrado en esta invención que un aumento de la concentración de hidroxilamonio en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona puede dar como resultado un aumento de la concentración de contaminantes orgánicos en el medio de reacción acuoso que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona. El procedimiento según la invención tiene la ventaja de que con él este efecto se suaviza o se evita.

El medio de reacción contiene fosfato. Generalmente la concentración de fosfato en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es mayor que 2.0 mol/l, preferiblemente mayor que 2.5 mol/l, más preferiblemente mayor que 3.0 mol/l, particularmente mayor que 3.3 mol/l, más particularmente mayor que 3.5 mol/l, y muy preferiblemente mayor que 3.7 mol/l. Se ha encontrado en esta invención que un aumento de la concentración de fosfato en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es ventajoso porque da como resultado una disminución de la concentración de los contaminantes orgánicos en el medio de reacción acuoso que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona. Preferiblemente la concentración de fosfato se elige de tal modo que no aparezca cristalización, lo que depende entre otros de la temperatura y de la concentración de otros componentes en el medio de reacción acuoso. Generalmente la concentración de fosfato en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es menor que 8 mol/l, preferiblemente menor que 5 mol/l, más preferiblemente menor que 4.5 mol/l. Como se usa aquí la concentración de fosfato indica la suma de la concentración de todos los fosfatos sin distinción de la forma en que están presentes, expresada en moles por litro del medio de reacción acuoso. Preferiblemente los fosfatos están presentes como PO_4^{3-} , HPO_4^{2-} , H_2PO_4^- , H_3PO_4 , sales de PO_4^{3-} , HPO_4^{2-} , H_2PO_4^- , y/o sus combinaciones.

En una realización preferida la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona comprende una zona de reacción en la que se hace reaccionar el hidroxilamonio

con ciclohexanona para formar la oxima de la ciclohexanona mediante poner en contacto el medio de reacción acuoso y la corriente que comprende la ciclohexanona y el disolvente orgánico en un flujo contracorriente y una zona de extracción en la que se ponen en contacto el medio de reacción acuoso y un disolvente orgánico preferiblemente en un flujo contracorriente siendo añadido a la zona de reacción el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona y siendo añadido a la zona de extracción el medio de reacción acuoso que sale de la zona de reacción Esta realización tiene la ventaja de que los compuestos orgánicos residuales en particular la ciclohexanona y la oxima de la ciclohexanona se separan del medio de reacción acuoso que sale de la zona de reacción Preferiblemente se añade ciclohexanona a la zona de síntesis de la oxima entre la zona de reacción y la zona de extracción Preferiblemente el disolvente orgánico que sale de la zona de extracción se añade a la zona de reacción Preferiblemente se añade ciclohexanona a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona en el disolvente orgánico que entra en la zona de extracción Se puede hacer uso de tipos conocidos de extractores tales como por ejemplo una columna de extracción o uno o más reactores equipados con agitadores opcionalmente conectados en serie estando provistos también cada uno de estos reactores de un separador líquido-líquido Preferiblemente se usa una columna pulsada llena con partículas de empaquetamiento Se hacen funcionar la zona de reacción y la zona de extracción preferiblemente a una temperatura que varía de 40 a 150 °C y a presión atmosférica sub-atmosférica o elevada preferiblemente entre 0.05 y 0.5 MPa más preferiblemente entre 0.1 y 0.2 MPa y muy preferiblemente entre 0.1 y 0.15 MPa Se puede hacer uso de tipos conocidos de extractores tales como por ejemplo las columnas de extracción preferiblemente columnas pulsadas llenas con partículas de empaquetamiento o uno o más reactores equipados con agitadores opcionalmente conectados en serie estando provistos también cada uno de estos reactores de un separador líquido-líquido Preferiblemente el disolvente orgánico tiene una solubilidad en agua menor que 0.1 % en peso a 20 °C Preferiblemente el disolvente orgánico se selecciona del grupo constituido por benceno tolueno xileno metilciclopentano ciclohexano y sus mezclas Muy preferiblemente el disolvente orgánico es tolueno Las condiciones de operación para la zona de reacción y la zona de extracción no son necesariamente las mismas Preferiblemente se usa el mismo disolvente en la zona de reacción y en la zona de extracción Preferiblemente el contenido conjunto de la ciclohexanona y la oxima de la ciclohexanona en el medio de reacción acuoso que sale de la zona de extracción es menor que 0.2 % en peso (2000 ppm) más preferiblemente menor que 0.05 % en peso particularmente menor que 0.02 %

en peso más particularmente menor que 0.01 % en peso y muy preferiblemente menor que 0.005 % en peso (con relación al peso del medio de reacción acuoso)

Preferiblemente el medio de reacción acuoso que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona o que sale de la zona de extracción se somete a destilación para conseguir una disminución adicional de los contaminantes orgánicos. Se puede usar por ejemplo el procedimiento de destilación descrito en el documento US-A-3 940 442. Es preferible que el contenido conjunto de la ciclohexanona y la oxima de la ciclohexanona en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis del hidroxilamonio no sea mayor que 0.02 % en peso (200 ppm) más preferiblemente no mayor que 0.005 % en peso particularmente no mayor que 0.002 % en peso más particularmente no mayor que 0.001 % en peso y muy preferiblemente no mayor que 0.0002 % en peso (con relación al peso del medio de reacción acuoso)

Generalmente el medio de reacción acuoso es un medio de reacción ácido tamponado. El medio de reacción acuoso puede contener amonio (NH_4^+) por ejemplo formado como un producto secundario en la síntesis del hidroxilamonio. Preferiblemente en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona la relación $c(\text{NH}_4^+)/c(\text{fosfato})$ está entre 0.1 y 3 más preferiblemente entre 0.2 y 2 y muy preferiblemente entre 0.5 y 1.5 donde $c(\text{NH}_4^+)$ representa la concentración de NH_4^+ en mol/l y $c(\text{fosfato})$ representa la concentración de fosfato en mol/l

Generalmente el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona contiene nitrato (NO_3^-). Preferiblemente en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona la relación $c(\text{NO}_3^-)/c(\text{fosfato})$ está entre 0.05 y 1 más preferiblemente entre 0.1 y 0.5 donde $c(\text{NO}_3^-)$ representa la concentración de NO_3^- en mol/l y $c(\text{fosfato})$ representa la concentración de fosfato en mol/l

En la zona de síntesis de hidroxilamonio el hidroxilamonio se forma por la reducción catalítica del nitrato con hidrógeno. La zona de síntesis del hidroxilamonio puede hacerse funcionar a una temperatura que varía de 20 a 100 °C preferiblemente 30-90 °C más preferiblemente 40-85 °C y a presión atmosférica sub-atmosférica o elevada preferiblemente entre 0.1 y 5 MPa más preferiblemente entre 0.3 y 3 MPa y en particular entre 0.5 y 2 MPa (presión parcial de hidrógeno). Preferiblemente el pH en la zona de síntesis del hidroxilamonio está entre 0.5 y 6 más preferiblemente entre 1 y 4. El catalizador empleado en esta zona está generalmente presente en un intervalo entre 1 a 25 % en peso preferiblemente entre 5 a 15 % en peso de un metal precioso con relación al peso total del soporte más el catalizador. Preferiblemente el catali-

zador es un catalizador que contiene paladio por ejemplo un catalizador que contiene paladio o un catalizador que contiene paladio-platino presente sobre un soporte tal como un soporte de carbono o alúmina. Generalmente el catalizador está presente en la zona de síntesis de hidroxilamonió en una cantidad de 0.2-5 % en peso con relación al peso del líquido total que está en el recipiente(s) del reactor de hidroxilamonió

Breve descripción del dibujo

La Figura 1 es un diagrama esquemático de una realización del procedimiento según la presente invención

Descripción de una realización

Con relación a la Figura 1 A representa la zona de síntesis del hidroxilamonió. Se usa una zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona que comprende la zona B de reacción y la zona C de extracción. A la zona A, que contiene el catalizador, se añade hidrógeno a través de la línea 1; se descarga el hidrógeno sin reaccionar con cualquier otro gas a través de la línea 2. El medio de reacción acuoso que contiene entre otros fosfato se añade a la zona A a través de la línea 15 y después de haber sido enriquecido en hidroxilamonió (también en amonió como un sub-producto) en la zona de síntesis del hidroxilamonió se pasa a la zona B de reacción a través de la línea 3. La ciclohexanona a ser convertida se añade en un disolvente orgánico a la zona B de reacción a través de la línea 4. La ciclohexanona se introduce en el disolvente orgánico a través de la línea 7. La relación f_H/f_C es menor que 1.00. La parte mayor de la oxima de la ciclohexanona producida y disuelta en el disolvente orgánico se separa del sistema a través de la línea 5.

Después de salir de la zona B el medio de reacción acuoso se pasa a la zona C de extracción a través de la línea 6. Después de salir de la zona B el contenido de hidroxilamonió del medio de reacción acuoso ha sido reducido por la reacción y contiene pequeñas cantidades de ciclohexanona y de oxima de la ciclohexanona contaminantes. El disolvente orgánico entra en la zona C de extracción a través de la línea 9. Dentro de la zona C de extracción se separa una adicional oxima de la ciclohexanona del medio de reacción acuoso y se elimina de la zona C en el disolvente orgánico a través de la línea 8. En la zona C de extracción se reducen los contaminantes orgánicos residuales (ciclohexanona + la oxima de la ciclohexanona) del medio de reacción acuoso.

El medio de reacción acuoso sale de la zona C de extracción a través de la línea 10 que pasa el medio de reacción acuoso hasta una columna D de destilación para una operación de separación. En esta columna se hidroliza la oxima de la ciclohexanona a ciclohexanona y la ciclohexanona así formada junto con la ciclohexanona

que ya estaba presente se descarga con otros materiales orgánicos y agua (por ejemplo como una mezcla azeotrópica) a través de la línea 11. El medio de reacción acuoso que está recirculando en el sistema pasa después a través de la línea 12 a la zona E. En la zona E se produce ácido nítrico. Preferiblemente el ácido nítrico se produce en la zona E o después de ella haciendo reaccionar el aire añadido a través de la línea 13 con amoníaco añadido a través de la línea 14 y con agua procedente del medio de reacción acuoso. También es posible suministrar directamente ácido nítrico al medio de reacción acuoso en lugar de producir el ácido nítrico. Con ello se aumenta el nivel de nitrato en el medio inorgánico de la zona E. En la zona E los iones amonio por ejemplo formados como un sub-producto en la síntesis del hidroxilamonio se pueden convertir por medio de gases que contienen óxidos de nitrógeno. Sin embargo también se pueden usar otros métodos para la separación de los iones amonio. Después el medio de reacción acuoso completa el ciclo volviendo a la zona A de síntesis del hidroxilamonio a través de la línea 15. El proceso se realiza de forma continua.

Los siguientes ejemplos específicos deben ser considerados como meramente ilustrativos y no limitantes del resto de la descripción.

EJEMPLOS Y EXPERIMENTOS COMPARATIVOS

Ejemplo 1

Se produjo la oxima de la ciclohexanona usando el modelo que se muestra en la Figura 1.

En la zona A de síntesis del hidroxilamonio (que contiene un catalizador (Pd al 10 % en peso sobre soporte de carbono) funcionando a una temperatura de 52 °C a una presión de 1 MPa (presión parcial de hidrógeno)) se produjo por unidad de tiempo un medio de reacción acuoso que tiene la siguiente composición:

1.28 mol de $\text{NH}_3\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{PO}_4$

1.33 mol de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

0.70 mol de H_3PO_4

1.88 mol de NH_4NO_3

39.6 mol de H_2O

y se añadió (a través de la línea 3) a la zona B de reacción (una columna con empaquetamiento pulsada funcionando a 55 °C). Por unidad de tiempo se añadieron 1.32 mol de ciclohexanona (a través de la línea 7) a la zona B resultando una relación molar f_p/f_c de 0.97. Por unidad de tiempo se formaron 1.25 mol de la oxima de la ciclohexanona (141.3 g). Por unidad de tiempo se añadieron 251 g de tolueno a la zona C de extracción siendo la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona B a través de la línea 5 del 38 % en peso (con relación a

- la suma de los pesos del tolueno + la oxima de la ciclohexanona) El medio de reacción acuoso que sale de la zona B se añadió a la zona C de extracción (una columna con empaquetamiento pulsada funcionando a 70 °C) La concentración resultante de los compuestos orgánicos residuales (ciclohexanona + la oxima de la ciclohexanona) en el medio de reacción acuoso que sale de la zona C de extracción fue de 6 ppm (0 0008 % en peso)

Experimento comparativo A

- Se repitió el ejemplo 1 Sin embargo se añadieron a la zona B por unidad de tiempo 1 24 mol de ciclohexanona esto es la relación f_r/f_c fue 1 03 en lugar de 0 97 se ajustó el caudal del tolueno de tal modo que la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico (con relación a la suma de los pesos del tolueno + la oxima de la ciclohexanona) se mantuvo en 36 % en peso La concentración resultante de los compuestos orgánicos residuales (ciclohexanona + la oxima de la ciclohexanona) en el medio de reacción acuoso que sale de la zona C de extracción fue de 21 ppm (0 0021 % en peso) Cuando se comparan el ejemplo 1 y el ejemplo comparativo A se demuestra que una disminución de la relación f_r/f_c hasta por debajo de 1 00 según la invención da como resultado una disminución de la concentración de los compuestos orgánicos residuales (ciclohexanona + la oxima de la ciclohexanona)

Experimento comparativo B

- Se repitió el ejemplo comparativo A Sin embargo se disminuyó el caudal del tolueno de tal modo que la concentración de la oxima de la ciclohexanona disuelta en tolueno separada de la zona B fue del 42 % en peso (con relación a la suma de los pesos de la ciclohexanona + la oxima de la ciclohexanona) La concentración resultante de los compuestos orgánicos residuales (ciclohexanona + la oxima de la ciclohexanona) en el medio de reacción acuoso que sale de la zona C de extracción fue de 356 ppm (0 0356 % en peso)

Ejemplo 2

- Se repitió el ejemplo comparativo B Sin embargo se añadieron a la zona B por unidad de tiempo 1 32 mol de ciclohexanona resultando una relación f_r/f_c de 0 97 en lugar de 1 03 La concentración resultante de los compuestos orgánicos residuales (ciclohexanona + la oxima de la ciclohexanona) en el medio de reacción acuoso que sale de la zona C de extracción fue de 96 ppm (0 0096 % en peso) Cuando se comparan el ejemplo 2 y el ejemplo comparativo B se demuestra que una disminución de la relación f_r/f_c hasta por debajo de 1 00 según la invención da como resultado una disminución de la concentración de los compuestos orgánicos residuales (ciclohexanona + la oxima de la ciclohexanona)

En el texto anterior se han ilustrado y descrito realizaciones particulares de esta invención. Sin embargo, los expertos en la técnica pueden entender que se pueden hacer diferentes modificaciones sin separarse del espíritu y alcance de la invención. Por tanto, la interpretación de esta invención no debe limitarse más que por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

- 1 Un procedimiento para la producción de la oxima de la ciclohexanona en el cual un medio de reacción acuoso que contiene fosfato se somete a un ciclo de operaciones desde una zona de síntesis de hidroxilamonio hasta una zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona y retorno a la zona de síntesis del hidroxilamonio en cuya zona de síntesis del hidroxilamonio se forma el hidroxilamonio por reducción catalítica de nitrato con hidrógeno y en cuya zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona se hace reaccionar el hidroxilamonio con ciclohexanona para formar la oxima de la ciclohexanona siendo añadidos la ciclohexanona y un disolvente orgánico a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona siendo separado de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona un medio orgánico que comprende el disolvente orgánico y la ciclohexanona caracterizado porque la relación f_h/f_c es < 1.00 donde f_h representa la cantidad molar de hidroxilamonio añadida a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona por unidad de tiempo y f_c representa la cantidad molar de ciclohexanona añadida a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona por unidad de tiempo
- 2 Un procedimiento para la producción de la oxima de la ciclohexanona en el cual (i) un medio de reacción acuoso que contiene hidroxilamonio fosfato y nitrato (ii) ciclohexanona y (iii) un disolvente orgánico se cargan a una zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona en la cual se hace reaccionar el hidroxilamonio con la ciclohexanona para formar la oxima de la ciclohexanona siendo separado de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona un medio orgánico que comprende el disolvente orgánico y la oxima de la ciclohexanona caracterizado porque la relación f_h/f_c es < 1.00 donde f_h representa la cantidad molar de hidroxilamonio añadida a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona por unidad de tiempo y f_c representa la cantidad molar de ciclohexanona añadida a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona por unidad de tiempo
- 3 El procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2 caracterizado porque la relación f_h/f_c es < 0.99
- 4 El procedimiento según la reivindicación 3 caracterizado porque la relación f_h/f_c es < 0.98
- 5 El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 caracterizado porque la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es mayor que 25 % en peso

6 El procedimiento según la reivindicación 5 caracterizado porque la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es mayor que 30 % en peso

5 7 El procedimiento según la reivindicación 6 caracterizado porque la concentración de la oxima de la ciclohexanona en el medio orgánico que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es mayor que 35 % en peso

8 El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 caracterizado porque la concentración de hidroxilamonio en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona es mayor que 0.7 mol/l

10 9 El procedimiento según la reivindicación 8 caracterizado porque la concentración de hidroxilamonio en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima es mayor que 1.0 mol/l

15 10 El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 caracterizado porque el medio de reacción acuoso y una corriente que comprende la ciclohexanona y el disolvente orgánico se ponen en contacto en un flujo contracorriente

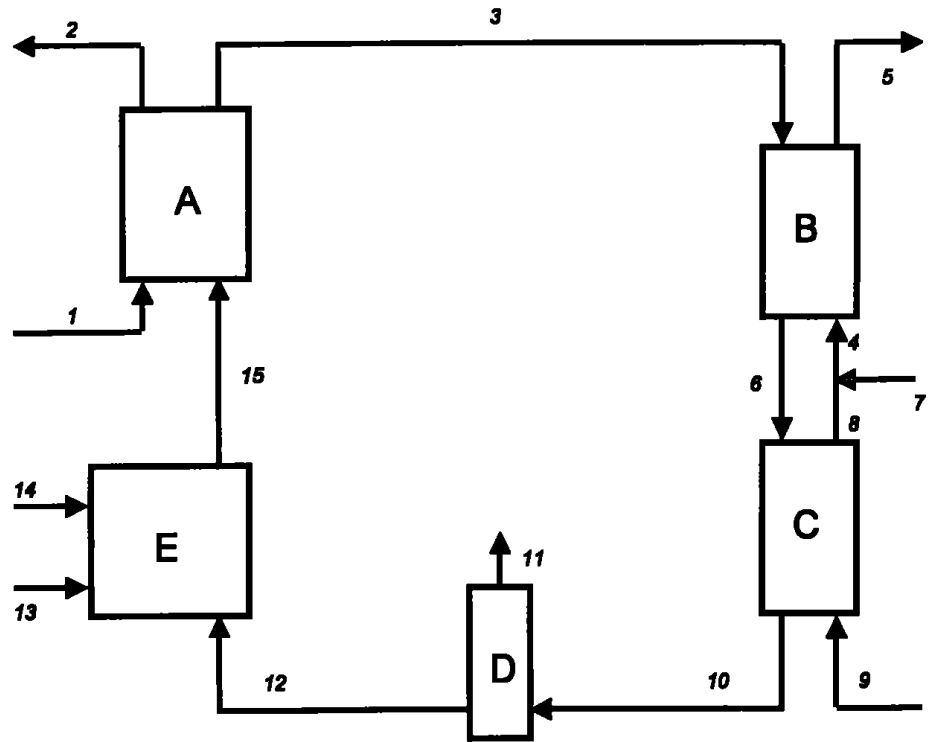
11 El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 caracterizado porque el disolvente orgánico se selecciona del grupo constituido por benceno tolueno xileno metilciclopentano ciclohexano y sus mezclas

20 12 El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 caracterizado porque la concentración de fosfato en el medio de reacción acuoso que entra en la zona de síntesis de la oxima es mayor que 2.0 mol/l

25 13 El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 caracterizado porque el contenido conjunto de ciclohexanona y oxima de la ciclohexanona en el medio de reacción acuoso que sale de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona está por debajo de 0.2 % en peso

RESUMEN

La invención se refiere a un procedimiento para la producción de la oxima de la ciclohexanona en el cual un medio de reacción acuoso que contiene fosfato se somete a un ciclo de operaciones desde una zona de síntesis de hidroxilamonio hasta una zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona y retorno a la zona de síntesis del hidroxilamonio en cuya zona de síntesis del hidroxilamonio se forma el hidroxilamonio por reducción catalítica de nitrato con hidrógeno y en cuya zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona se hace reaccionar el hidroxilamonio con ciclohexanona para formar la oxima de la ciclohexanona siendo añadidos la ciclohexanona y un disolvente orgánico a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona siendo separado de la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona un medio orgánico que comprende el disolvente orgánico y la ciclohexanona caracterizado porque la relación f_h/f_o es < 1.00 donde f_h representa la cantidad molar de hidroxilamonio añadida a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona por unidad de tiempo (en mol/s) y f_o representa la cantidad molar de ciclohexanona añadida a la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona por unidad de tiempo (en mol/s)



16

FIG 1

9

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRAMITE

	USUARIO	RADICADOR
PATENTE DE INVENCION	()	()
MODELO DE UTILIDAD	()	()
Indicación de que se solicita la concesion de una patente.	()	()
Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud	()	()
Descripción de la invención.	()	()
Dibujos de ser estos pertinentes	()	()
Comprobante de Pago de las tasas establecidas	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()
DISEÑO INDUSTRIAL ()		
Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial	()	()
Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud	()	()
Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorpora el diseño	()	()
Comprobante de pago de las tasas establecidas	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()
ESQUEMA DE TRAZADO ()		
Indicación de que solicita el registro de un Esquema de trazado	()	()
Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta La solicitud	()	()
Representación gráfica del esquema de trazado	()	()
Comprobante de pago de las tasas establecidas	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()

Eduar
Firma Responsable

05-12-2002
Fecha