

Clarke, Modet & C^o
COLOMBIA

82/82
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 04-021423- -00007-0000

Fecha: 2008-07-02 15:41:48 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALII
Act. 444 RESPUESTAREQUE Folios: 7

2640/P

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
E. S. D.

Re: Expediente No. 04.021.423
Solicitud de patente a nombre de **DSM IP ASSETS B.V.**

Yo, JIMENA ESCOBAR URIBE, identificada como aparece al pie de mi firma, domiciliada en la carrera 11 No. 86-53, piso 6, obrando como apoderada de la sociedad **DSM IP ASSETS B.V.** domiciliada en Heerlen, Holanda solicitante de la patente de la referencia, en respuesta al oficio No. 4689 notificado por fijación en lista el 04 de abril de 2008, relacionado con el concepto técnico de fondo No. 0855, me permito manifestar:

1. Con fundamento en la facultad que confiere el artículo 34 de la Decisión 486 al solicitante para modificar la solicitud de patente en cualquier momento del trámite, presento junto con este memorial un nuevo capítulo reivindicatorio en el cual se realizan las siguientes modificaciones.

1.1 Se corrige el capítulo reivindicatorio para definir el proceso de la reivindicación 1.

1.2 Se corrige el capítulo reivindicatorio para eliminar aquellos términos objetados por el examinador que le restaban concisión a la materia reivindicada.

En cuanto a estas modificaciones, me permito decir que las mismas no amplían de ninguna manera la materia objeto de la presente solicitud y se realizaron con el ánimo de superar las objeciones de claridad, unidad de invención y patentabilidad planteadas por el examinador en su concepto técnico.

Para este efecto, me permito acompañar el recibo de pago No. 08-49,754 con el cual queda cubierta la tasa correspondiente a la modificación de una solicitud de patente en cuanto a su capítulo reivindicatorio.

Clarke, Modet & C^o
COLOMBIA

ESCOBAR - URIBE ASOCIADOS
Intellectual Property

2. Claridad de la Solicitud

El examinador objeta la claridad de la descripción por que en su opinión, el número PAN no se encuentra inequívocamente definido. Al respecto el solicitante quisiera anotar que en la página 3 de la descripción se puede encontrar la definición del número PAN, el cual se determina de acuerdo con la norma ISO DIS 8660. Por lo tanto, no es claro en que se basa el examinador para determinar que dicho número no se encuentra inequívocamente definido cuando es evidente que el mismo resulta ampliamente utilizado en el campo técnico correspondiente, al punto que tiene su propia norma ISO.

Por otro lado, el examinador dice que no es claro el significado de la frase: "Por otra parte la extinción disminuye con la disminución de la cantidad de NaOH". Aunque el examinador no es claro respecto a lo que no le resulta comprensible de dicha frase, el solicitante quisiera anotar que en la página 3 también se establece el significado de la extinción y como se determina, de acuerdo con la norma ISO 7059. En vista de lo anterior, es evidente que el término es ampliamente utilizado en el campo técnico correspondiente y que para un técnico con habilidad ordinaria en la materia el significado de la frase resulta perfectamente claro.

Respecto a las objeciones relacionadas con la falta de claridad del capítulo reivindicatorio, el solicitante ha modificado la reivindicación 1 para especificar aun más el proceso; la reivindicación 7 ha sido modificada para establecer con mayor claridad lo que la diferencia de la reivindicación 1 y se han eliminado algunos de los términos que le restaban claridad al capítulo reivindicatorio.

En cuanto a los términos que no fueron cancelados, el solicitante quisiera hacer los siguientes comentarios. Las expresiones "producto de cabeza" y "producto de fondo" son ampliamente utilizadas en el campo de la destilación, y el técnico con habilidad ordinaria en la materia entenderá que "producto de cabeza" hace referencia a los compuestos que salen por la parte alta de la torre de destilación, en tanto que "producto de fondo" hace referencia a los compuestos que salen por la parte baja de la misma.

3. Novedad

El examinador objeta la novedad de la solicitud a la luz de lo reportado por la anterioridad US 3.944.543 (en adelante D1), según los argumentos expuestos por el examinador, la materia de la presente solicitud resulta idéntica a lo divulgado

84
84

Clarke, Modet & C^o
COLOMBIA

ESCOBAR - URIBE ASOCIADOS
Intellectual Property

3

por la anterioridad en cuestión. Al respecto el solicitante tiene los siguientes comentarios.

En primer lugar, es evidente que la anterioridad D1 obtiene caprolactama con un muy bajo nivel de alcalinidad. En segundo lugar, el proceso de D1 emplea ácidos en tanto que el proceso de la presente solicitud no lo hace.

En vista de lo anterior es claro que D1 no enseña de manera explícita todas y cada una de las características de la presente solicitud, requisito indispensable para que la misma pueda afectar la novedad de la invención. Por lo tanto, si todas y cada una de las características de la invención no se encuentran en D1, se deduce entonces que la presente solicitud es novedosa frente a lo enseñado por D1.

En resumen, me permito decir que gracias a los argumentos anteriormente mencionados, la presente solicitud cumple cabalmente con los requisitos de claridad, novedad y altura inventiva respecto al proceso expuesto en el capítulo reivindicatorio. Por lo tanto, solicito comedidamente a ese despacho se sirva reconocer estos requisitos y conceder el privilegio de patente de invención a la solicitud en estudio.

Señor Superintendente,


JIMENA ESCOBAR URIBE
C.C.39.779.452 de Usaquén
T.P.No. 68228
Còd.5376

8595

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 08 - 49,754
FECHA : JUNIO 20 DE 2008

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 04-021423- -00007-0000

Fecha: 2008-07-02 15:41:48 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 379 FASENACIONALI
Act. 444 RESPUESTAREQUE Folios: 7

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
CLARKE MODET Y CO. COLOMB	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	3418236	20/06/2008	46,620,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-03	CAMBIO DE MODALIDAD Y MODIFICA	
		12 MARCAS Y LEAS COMERCIALES	103,000.00
		TOTAL :	\$ 103,000.00

MON: CIENTO TRES MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

2640/P

4

REIVINDICACIONES

1. Proceso para obtener caprolactama purificada que comprende los pasos de:
 - a) proporcionar un producto de caprolactama alcalina obtenido por un reordenamiento de Beckmann el cual tiene una alcalinidad de entre 0,05 y 5 meq por kilogramo de caprolactama el cual comprende i) caprolactama, ii) impurezas orgánicas, y iii) al menos una base seleccionada del grupo que consiste de hidróxido alcalino y de un amino caproato alcalino; y
 - b) destilar el producto de caprolactama alcalina a una presión reducida de entre 1 y 50 kPa, y a una temperatura de entre 100 y 200 °C.
2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual la alcalinidad del producto de caprolactama alcalino está entre 0.10 y 3 meq por Kg de caprolactama.
3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 2, en el cual la alcalinidad del producto de caprolactama alcalino esta entre 0.15 y 2 meq por Kg de caprolactama.
4. Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, en el cual dicha una o mas bases son seleccionadas del grupo que consiste de hidróxido de sodio, amino caproato de sodio, hidróxido de potasio, amino caproato de potasio.
5. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el cual al menos el 75 % en moles de dicha una o más bases es amino caproato alcalino.
6. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, el cual dicho producto de caprolactama alcalino comprende al menos 95 % en peso de caprolactama.

7. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 para la purificación del producto de caprolactama, en el cual dicho proceso comprende la adición previa al paso b) de una o mas bases seleccionadas del grupo que consiste en un hidróxido alcalino y de un amino caproato alcalino a dicho producto de caprolactama en una cantidad como para producir el producto de caprolactama alcalino.
8. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en el cual el producto de caprolactama tiene una acidez de entre 0 y 5 meq por Kg de caprolactama, es neutro, o tiene una alcalinidad de entre 0 y 5 meq por Kg de caprolactama.
9. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 7 o la reivindicación 8, en el cual el proceso involucra la adición de dicha una o más bases a dicho producto de caprolactama en una cantidad de entre 0,10 y 10 mmol por Kg de caprolactama.
10. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 9, en el cual el proceso involucra la adición a dicho producto de caprolactama de entre 0.10 y 5 mmol de dicha una o más bases por Kg de caprolactama.
11. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en el cual el proceso involucra la adición a dicho producto de caprolactama de entre 0.15 y 3 mmol de dicha una o más bases por Kg de caprolactama.
12. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11, en el cual el producto de caprolactama comprende 15 % en peso de caprolactama.
13. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 12, en el cual el producto de caprolactama comprende agua y la suma de las cantidades de agua y caprolactama en el producto de caprolactama es de 95 % en peso.
14. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 7 a 13, en el cual el proceso involucra la adición del hidróxido alcalino a dicho producto de caprolactama produciendo un producto alcalino, y convirtiendo al menos

parte de dicho hidróxido alcalino en el producto alcalino para formar el amino caproato alcalino antes de dicha destilación.

15. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el cual la caprolactama es obtenida por un rearreglo Beckmann.
16. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el cual el proceso involucra la destilación del producto de caprolactama a una temperatura entre 100 y 200°C.
17. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, en el cual el proceso involucra la destilación del producto de caprolactama a una presión menor que 10 kPa.
18. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, en el cual dicha destilación incluye la separación de las impurezas de bajo punto de ebullición del producto de caprolactama alcalino y/o la separación de las impurezas de alto punto de ebullición del producto de caprolactama alcalino.
19. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 18, en el cual dicha destilación incluye en una primer etapa, la separación como un producto de cabeza de las impurezas de bajo punto de ebullición del producto de caprolactama alcalino, mientras se deja el producto de caprolactma alcalino que contiene impurezas de alto punto de ebullición como un producto de fondo y en una segunda etapa se separan las impurezas de alto punto de ebullición del producto de fondo y se recupera la caprolactama como un producto de cabeza.
20. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 19, en el cual el proceso es un proceso continuo.

United States Patent [19]

Rulkens et al.

[11] **Patent Number:** **4,457,807**

[45] **Date of Patent:** **Jul. 3, 1984**

[54] **PROCESS FOR THE PURIFICATION OF**
ε-CAPROLACTAM

[75] **Inventors:** **Peter F. M. Rulkens; Nicolaas F.**
Haasen, both of Sittard; Otto G.
Plantema, Nederweert, all of
Netherlands

[73] **Assignee:** **Stamicarbon B.V., Geleen,**
Netherlands

[21] **Appl. No.:** **376,001**

[22] **Filed:** **May 7, 1982**

[30] **Foreign Application Priority Data**

May 9, 1981 [NL] Netherlands 8102280

[51] **Int. Cl.³** **B01D 3/10; B01D 3/14**

[52] **U.S. Cl.** **203/72; 203/74;**
203/89; 203/91; 203/100; 260/239.3 A

[58] **Field of Search** **260/239.3 R, 239.3 A;**
203/91, 99, 71, 72, 73, 74, 81, 89, 100

[56] **References Cited**

U.S. PATENT DOCUMENTS

3,686,077 8/1972 Dekoning 203/40
3,939,153 2/1976 Fowler 260/239.3 A
4,326,925 4/1982 Senni et al. 203/37

FOREIGN PATENT DOCUMENTS

2035859 3/1971 Fed. Rep. of Germany .

Primary Examiner—Frank Sever

Attorney, Agent, or Firm—Cushman, Darby & Cushman

[57] **ABSTRACT**

A process is provided for recovering epsilon-caprolactam of a purity in excess of 99.9 wt. %, in a two-stage distillation operation. Each stage comprises an evaporator and a rectification column having a pressure drop across the theoretical trays thereof of less than about 2.5 MBAR.

6 Claims, No Drawings

PROCESS FOR THE PURIFICATION OF ϵ -CAPROLACTAM

BACKGROUND OF THE INVENTION

The present invention relates to an improved process for purifying ϵ -caprolactam, (the starting material for nylon-6), obtained through Beckmann rearrangement of cyclohexanone oxime.

Such ϵ -caprolactam contains several impurities which must be removed in order to obtain a product suitable for polymerization. This impurity removal is effected in a number of processing steps, usually categorized into a pre-purification and final purification steps. The final purification is normally carried out by subjecting the ϵ -caprolactam containing impurities but already having a high degree of purity, such as about 99%, to distillation under reduced pressure.

According to German Offenlegungsschrift No. 2035859, dehydrated liquid crude ϵ -caprolactam can be distilled by employing three rectifiers and three evaporators under non-adiabatic conditions to obtain a purified ϵ -caprolactam product. The said rectifiers are carried out as thin layer rectification columns in order to minimize thermal degradation.

In practice, however, it has been observed that even greater ϵ -caprolactam purity is desirable in order to obtain better final polymerization products and to reduce capital costs in processing plants and equipment for handling ϵ -caprolactam. It has been observed that such a need exists for increasing the purity of caprolactam obtained by the rearrangement of cyclohexanone oxime by means of sulfuric acid or oleum.

The present invention satisfies this need by providing a distillation process for final purification of dehydrated but impure caprolactam (water content less than 1% by wt.) yielding very pure caprolactam and which requires less complicated and less expensive equipment.

SUMMARY OF THE INVENTION

In the process according to the present invention for purifying the ϵ -caprolactam product obtained by the rearrangement of cyclohexanone oxime with the help of sulfuric acid or oleum, the caprolactam being purified is subjected to distillation under reduced pressure, leading to separation of low-boiling and high-boiling impurities in two steps.

DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION

In the two stage distillation of impure ϵ -caprolactam under reduced pressure, the caprolactam to be purified is supplied to the rectification column of the first step, the low-boiling impurities are carried off as top product from this column, the bottom product remaining in the first step or stage is supplied to the second step or stage, the high-boiling impurities are carried off as bottom product in the second step. The desired purified caprolactam is recovered as top product in this second step.

In at least the first step or stage an evaporator is present together with a rectification column which contains packing material such that there is a pressure drop of less than 2.5 millibars across each theoretical tray. By preference the second step or stage also consists of an evaporator and a rectification column containing said packing material. The pressure drop of less than about 2.5 mbar across each theoretic tray relates to measurement under standard conditions, such as rectifi-

cation of a cis-trans decalin mixture (50% cis and 50% trans) with total reflux at a pressure of 50 mbar and a vapor transport rate of 5.2 m/s (see F. J. Zuiderweg Recommended Test Mixtures for Distillation Column 1969, Institution of Chemical Engineers, which reference is incorporated by reference herein).

Any packing material for the rectification yielding a pressure drop of less than about 2.5 mbar across each theoretic tray is suitable. Such packing materials are commercially available, for instance Intalox metal packing (described in Chemical Engineering Progress, March 1979, pp. 86-91, which reference is incorporated by reference herein), Sulzer packing BX type (see Chemie Ingenieur Technik, part 37, p. 322, 1965, which reference is incorporated by reference herein) and Sulzer Mellapack type packing, (see Chemical Engineering Progress, November 1977, pp. 71-77, which reference is incorporated by reference herein). Preferably a packing material, such as, for instance, the Mellapack type of Sulzer, is used which gives a pressure drop of less than about 1.5 mbar across each theoretical tray.

The number of theoretical trays required in the rectification depends on the desired separation capacity. Usually, about 5 to about 15 theoretical trays in the first step and about 1 to about 5 in the second step (if this step consists of an evaporator and rectification column containing said packing material) are sufficient for obtaining a very high purity polymerizable grade ϵ -caprolactam.

The caprolactam being purified is supplied to the rectification column of the first step either into the top of the column in the first step or into the column itself at an intermediate point. The bottom product of the first step is supplied to the second step, if this step consists of an evaporator and a rectification column containing said packing material, either to the evaporator or to the rectification column, for instance to the first theoretical tray from the bottom of the column.

Impure caprolactam is not suitable for polymerization. The purity of the untreated caprolactam being distilled in accordance with the invention may be different and usually will be about 95% to about 99.9% pure by weight. If desired, caprolactam products having less than about 95% purity may be distilled in accordance with the invention. However, it is desirable to improve the pre-purification to the extent that prior to the final purification in accordance with the invention, a starting product with a starting purity better than 95% is obtained.

The distillation accordance to the present invention is carried out at reduced pressure which can vary in relation with the desired bottom temperatures. Preferably, a bottom pressure of about 5 mbar to about 70 mbar is maintained in the rectification column of the first step, and a bottom pressure of about 5 to 15 mbar in the rectification column as used by preference in the second step. The bottom temperature of the rectification column in the first step is preferably taken between about 115° C. and 175° C., while the bottom temperature is the rectification column as used by preference in the second step is preferably taken between about 115° C. and 145° C.

EXAMPLES

The invention will be further elucidated in the following non-limiting examples which illustrate various embodiments

EXAMPLE I

In a two-step vacuum distillation installation with in each step a rectification column with a condenser and a falling film evaporator for the heating of the bottom liquid, ϵ -caprolactam (purity 99.4% by wt.), obtained through rearrangement of cyclohexanone oxime with oleum, is purified. The falling film evaporator used is of the Normag 9318 S type. Sulzer BX type packing (pressure drop 0.7 mbar across each theoretical tray) is used in the rectification columns (diameter 7 cm). 8,827 grams per hour of the untreated caprolactam (containing, as usual in the purification of caprolactam by distillation, 0.2 mg of solid NaOH per gram off caprolactam) is supplied to the fifth theoretical tray (counted from the bottom) of the rectification column of the first step (7.5 theoretical trays). The bottom pressure of the rectification column is 12 mbar. The bottom temperature is 141° C. The rectification column top temperature is 134.5° C. In the falling film evaporator of the first step a heating medium with a temperature of 180° C. is used. In the first step, 466 grams distillate per hour is carried off via the condenser, the reflux ratio being 3. A quantity of 1,972 grams per hour of the bottom product from the first step is supplied to the evaporator of the second

step. In the second step the number of theoretical trays of the rectification column is 2.5. The reflux ratio of 0.3. The bottom pressure in the column is 8 mbar. The temperature in the top of the column is 123° C. while the temperature in the bottom of the column is 133° C. In the falling film evaporator of the second step a heating medium with a temperature of 165.5° C. is used. From the second step 1,780 grams ϵ -caprolactam per hour, with a purity in excess of 99.9% by weight, is carried off via the condenser. The color index of the purified caprolactam is 3° Hazen (50% by weight aqueous solution), the extinction measured with a layer of 4 cm with light of 290 nm, expressed as the logarithm of the portion of the light which is absorbed) is 0.11 and the permanganate number is above 10,000.

Conducting the above-described distillation with rectification columns lacking packing materials (carried out as falling film evaporator) the product is less pure and had an extinction value of 0.18 and a permanganate number of 7,000.

EXAMPLE II

In the distillation installation as described in Example I, 9,144 grams per hour of ϵ -caprolactam (purity 99.3% by weight), obtained through rearrangement of cyclohexanone oxime with oleum, is supplied to the fifth theoretical tray of the rectification column of the first step. In the first step, at a bottom pressure of 10 mbar in the rectification column and a reflux ratio of 8,331 grams per hour of distillate is carried off via the condenser. The top temperature in the rectification column in the first step is 133° C. and the bottom temperature is 142.5° C. In the falling film evaporator in the first step a heating medium with a temperature of 180° C. is used. Of the bottom product obtained in the first step, a quantity of 2,255 grams per hour is supplied to the evaporator of the second step. At a bottom pressure of 7.33

mbar in the rectification column of the second step and a reflux ratio of 0.05, 2,145 grams caprolactam per hour with a purity in excess of 99.9% by weight is carried off via the condenser. The top temperature in the rectification column of the second step is 122° C.; the bottom temperature is 134.5° C. In the falling film evaporator of the second step a heating medium with a temperature of 166° C. is used. The final product has a color index of 2° Hazen, extinction value of 0.1 and a permanganate number of more than 10,000.

EXAMPLE III

In a distillation installation such as described in Example I, 8,248 grams per hour of ϵ -caprolactam (purity 99.5% by weight), obtained through rearrangement of cyclohexanone oxime with oleum, is supplied to the fifth theoretical tray of the rectification column (10 theoretical trays) of the first step. In the first step, at a bottom pressure of 58 mbar in the rectification column and a reflux ratio of 3,446 grams per hour of distillate is carried off via the condenser. The top temperature in the rectification column in the first step is 164° C. and the bottom temperature is 170° C. In the falling film evaporator in the first step a heating medium with a temperature of 214° C. is used. Of the bottom product obtained in the first step, a quantity of 1,848 grams per hour is supplied to the evaporator of the second step. At a bottom pressure of 8 mbar in the rectification column (1 theoretical tray) of the second step and a reflux ratio of 0.3, 1,752 grams caprolactam per hour with a purity in excess of 99.9% by weight is carried off via the condenser. The top temperature in the rectification column of the second step is 122° C.; the bottom temperature is 130° C. In the falling film evaporator of the second step a heating medium with a temperature of 170° C. is used. The final product has a color index of 0° Hazen, extinction value of 0.1 and a permanganate number of more than 10,000.

What is claimed is:

1. A process for purifying a dehydrated ϵ -caprolactam product obtained by rearrangement of cyclohexanone oxime in the presence of sulfuric acid or oleum by distilling said caprolactam under reduced pressure to separate out low-boiling and high-boiling impurities from said caprolactam to yield a very pure polymerizable grade ϵ -caprolactam product, said process comprising the combination of steps of:

- conducting said distillation of untreated ϵ -caprolactam in a first and in a second stage wherein said first stage and said second stage each includes an evaporator and a rectification column containing packing material such that the pressure drop across each theoretic tray in the respective rectification columns is less than about 2.5 mbar;
- supplying said impure caprolactam to said rectification column in said first stage;
- separating out as a top product the low-boiling impurities from said caprolactam in said rectification column in said first stage while leaving caprolactam containing high-boiling impurities as a bottom product;
- feeding said bottom product to said second stage and separating out the high-boiling impurities from the caprolactam in said bottom product; and
- recovering polymerizable grade ϵ -caprolactam having purity greater than 99.9 weight percent as a top product in said second stage.

92
92

5

6

2. Process according to claim 1 wherein a bottom temperature of about 115° to about 175° C. is applied in the rectification column of the first stage, while a bottom temperature of about 115 to about 145° C. is applied in the rectification column of the second stage.

3. A two stage process for purifying a dehydrated impure ϵ -caprolactam product obtained by rearrangement of cyclohexanone oxime in the presence of sulfuric acid or oleum by distilling the impure ϵ -caprolactam under reduced pressure to separate out low-boiling and high-boiling impurities to thereby yield a very pure polymerizable grade ϵ -caprolactam product, said process comprising the combination of steps of:

A. supplying said impure ϵ -caprolactam to a first stage and then distilling said impure ϵ -caprolactam in said first stage, said first stage including an evaporator and a rectification column, said rectification column containing packing material such that the pressure drop across each theoretical tray therein is less than about 1.5 mbar, said first stage rectification column having a bottom temperature of about 115° C. to about 175° C.;

B. separating out as a top product the low-boiling impurities from said impure ϵ -caprolactam in said first stage rectification column while leaving a bottom product containing ϵ -caprolactam and high boiling impurities;

C. feeding said bottom product from said first stage to a second stage and then distilling said bottom product in said second stage, said second stage including an evaporator and a rectification column, said

second stage rectification column containing packing material such that the pressure drop across each theoretical tray therein is less than about 1.5 mbar, said rectification column having a bottom temperature of about 115° C. to about 145° C.;

D. separating out a second stage bottom product from said bottom product of step (b) in said second stage rectification column, said second stage bottom product containing the high-boiling impurities; and

E. recovering polymerizable grade ϵ -caprolactam having a purity greater than 99.9 weight percent as a top product from said second stage rectification column.

4. Process according to any one of the claims 1 or 3 wherein said initial impure caprolactam supply to said first stage is about 95% to about 99.9% pure by weight.

5. Process according to any one of the claims 1 or 3 wherein a bottom pressure of about 5 mbar to about 70 mbar is applied in the rectification column of the first stage, and a bottom pressure of about 5 to about 15 mbar is applied in the rectification column of the second stage.

6. Process according to claim 1 or 3 wherein said impure ϵ -caprolactam supply to said first stage is about 95% to 99.9% pure by weight, said first stage rectification column having a bottom pressure of about 5 mbar to about 70 mbar, and said second stage rectification column having a bottom pressure of about 5 to about 15 mbar.

* * * * *

35

40

45

50

55

60

65

93

93

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES

2020
Bogotá, D.C.,

Abogado
JIMENA ESCOBAR URIBE

ASUNTO	Radicación	04-021423
	Trámite	002
	Evento	001
	Actuación	430
	Oficio	10748
	Folios	9

Patente de Invención	☒	Patente de Modelo de Utilidad	☐
Vía Nacional	☐		
Vía PCT (fase nacional)	☒	Cap. I	☐
		Cap. II	☒

No. Sol. Internacional	PCT/NL02/00558
Fecha de Presentación Internal.	Agosto 23 de 2002

Como resultado del examen de fondo, realizado con fundamento en el artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica:

1. Documentos estudiados

- | | | | |
|------|-----------------------------------|--|---|
| 1.1. | <u>Descripción:</u> | Folios: 09 a 21 | como se radicó inicialmente |
| 1.2. | <u>Reivindicaciones:</u> | Folios: 22 a 26
Folios: 86 a 88 | como se radicó inicialmente
modificado |
| 1.3. | <u>Prioridad:</u> | EPO No. 01203217.3 del 27 de Agosto de 2001
EPO No. 01203215.7 del 27 de Agosto de 2001
EPO No. 01203214.0 del 27 de Agosto de 2001 | |
| 1.4 | <u>Respuesta del solicitante:</u> | Folios: 82 a 88 | |

2. Objeto de la invención

- Título de la solicitud: **"PROCESO PARA DESTILAR A PRESION REDUCIDA UN PRODUCTO ALCALINO DE CAPROLACTAMA"**

El objeto de la solicitud de la presente invención consiste en:

- **Reivindicaciones** de la 1 a la 20: proceso para obtener caprolactama purificada; que comprende los pasos:
 - a) Reordenamiento de Beckmann, que comprende:
 - (i) Caprolactama
 - (ii) Impurezas orgánicas
 - (iii) Al menos una base seleccionada del grupo que consiste de hidróxido alcalino y amino caproato alcalino
 - b) Destilación de la caprolactama a presión reducida de entre 1 y 50 kPa y a una temperatura entre 100 y 200°C

El problema planteado en esta solicitud es la necesidad de realizar un proceso para obtener Caprolactama purificada.

Para solucionar este problema técnico la solicitud en estudio presenta un proceso para obtener caprolactama.

- El objeto de la invención definido anteriormente se clasifico de acuerdo con la IPC: **C07D 223/10 y A61K 31/55**

3. Respuesta a los argumentos del solicitante:

- El solicitante pasa un nuevo capítulo reivindicatorio, y esta oficina lo acepta.
- El solicitante hace algunas aclaraciones de acuerdo a lo solicitado en el primer Artículo 45; estas son:
 - ✓ Que el número PAN se determina de acuerdo con la norma ISO DIS 8660 y de igual manera el significado de extinción el cual se determina de acuerdo con la norma ISO 7059. Se acepta respuesta al respecto.

4. De la solicitud de Patente

4.1 Descripción (artículo 28 D. 486)

Esta Oficina se permite señalar que dentro de la descripción se encontró falta de sustento debido a que:

- No se encuentra en el capítulo descriptivo, datos comparativos con el estado del arte previo, que indiquen realmente el salto inventivo obtenido con dicho proceso.

45
~~98~~

4.2 Reivindicaciones (artículo 30 D 486)

- En la **Reivindicación 1**: el proceso que en esta se desea proteger, presenta resultados a alcanzar, y estos no son parte de la característica técnica de la invención.
- Se sugiere se agrupen en una sola reivindicación porque contienen la misma materia a proteger, las **Reivindicaciones 1, 8, 15, 16, 17 y 20**; de la misma manera las **Reivindicaciones: 18 y 19**.
- En las **Reivindicaciones** de la 1 de la 6 a la 11, 16, 17: las palabras y/o expresiones: "una o más", "de entre", "en una cantidad como para producir", "a una presión menor que", "al menos"; estos términos son vagos e indefinidos y los mismos no tienen un significado reconocido; por tanto no permiten delimitar allí la materia a proteger ni la definen de manera inequívoca.

Por lo anteriormente expuesto, es preciso requerir al interesado para que señale el verdadero alcance de su invención.

5. Determinación del Estado de la Técnica

La fecha que se ha tenido en cuenta para determinar el Estado de la Técnica es:

- Fecha de presentación de la solicitud prioritaria: **Agosto 27 de 2001**

Teniendo en cuenta la fecha indicada se consultaron las bases de datos y los archivos con que cuenta la entidad con fecha de publicación anterior y se encontraron los siguientes documentos que anticipan el objeto de esta solicitud; **aclarando, que esta búsqueda se realizó únicamente para aquellas partes que parecen ser claras y/o concisas:**

Nº	Documento	Título	Fecha de publicación
D1	US 4,457,807	PROCESS FOR THE PURIFICATION OF ϵ -CAPROLACTAMA	Julio 03 de 1984

6. Análisis de patentabilidad (artículo 14 D486)

6.1 Novedad (artículo 16 D486)

La Novedad se evaluó por comparación entre lo solicitado y lo encontrado en el estado de la técnica.

- **Reivindicaciones de la 1 a la 20**: proceso para obtener caprolactama purificada; que comprende los pasos:

- a) Reordenamiento de Beckmann, que comprende:
 - (i) Caprolactama
 - (ii) Impurezas orgánicas
 - (iii) Al menos una base seleccionada del grupo que consiste de hidróxido alcalino y amino caproato alcalino
- b) Destilación de la caprolactama a presión reducida de entre 1 y 50 kPa y a una temperatura entre 100 y 200°C

El proceso para obtener Caprolactama purificada, se encuentra ampliamente divulgado en la publicación **US 4,457,807**, como a continuación se evidencia:

CARACTERISTICAS ESENCIALES DE LA SOLICITUD COLOMBIANA No. 04-021423	D1 = US 4,457,807
Proceso para obtener caprolactama purificada; que comprende los pasos: a) Reordenamiento de Beckmann, que comprende: (i) Caprolactama (ii) Impurezas orgánicas (iii) Al menos una base seleccionada del grupo que consiste de hidróxido alcalino y/o amino caproato alcalino b) Destilación de la caprolactama a presión reducida de entre 1 y 50 kPa y a una temperatura entre 100 y 200°C	Proceso para la purificación de la ε-Caprolactama; el cual comprende: a) Reordenamiento de Beckmann, que comprende: (i) Caprolactama (ii) Impurezas (iii) Base seleccionada hidróxido de sodio b) Destilación de la caprolactama a presión reducida de entre 5 y 70 milibares y a una temperatura entre 115 y 175°C Todo el Documento.

Teniendo en cuenta el objeto de la invención y la materia descrita en la anterioridad **D1**, esta dependencia se permite señalar que existe afectación al requisito de Novedad, ya que resulta idéntico al publicado en el estado de la técnica. Es decir que el proceso para obtener Caprolactama purificada, como tal, no es nuevo.

De igual manera y en relación a la comparación de unidades de medida de presión, se realizó la comparación teniendo en cuenta:

1 kPa equivale a 10 milibares
 1 milibar equivale a 0.1 kPa

97

47

97

7. Conclusión:

Los requisitos de patentabilidad de la presente solicitud se encuentran afectados así:

N°	Documento N°	Reivindicaciones afectadas	Requisito que afecta
D1	US 4,457,807	De la 1 a la 20	Novedad

En cumplimiento del artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le indica que debe dar respuesta dentro del término de sesenta días contados a partir de la fecha de notificación de la presente comunicación. En caso de no dar respuesta al presente requerimiento, o si a pesar de la respuesta subsistieran los impedimentos para la concesión, se denegará la patente.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el artículo 8 de la resolución reglamentaria No. 00210 del 15 de enero de 2001, advirtiéndole que contra él no procede recurso alguno en la vía gubernativa.



ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de División de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista, de fecha
22 AGO. 2008

CONCEPTO TÉCNICO No. 2091	EXAMINADOR TÉCNICO Código No. 202080
---------------------------	---