

Clarke, Modet & C^o
COLOMBIA

ESCOBAR - URIBE ASOCIADOS
Intellectual Property

2680/P

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA
DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES
E. S. D.

RECEIVED
NO. 04-056.825
RELACIONI

Re: Expediente No. **04-056.825**
Solicitud de patente a nombre de **DSM Assests B.V.**

Yo, JIMENA ESCOBAR URIBE, identificada como aparece al pie de mi firma, domiciliada en la Cra. 11 No. 86-53 Piso 6, obrando como apoderada de la sociedad **DSM Assests B.V.**, domiciliada en Heerlen, Holanda, solicitante de la patente de la referencia, en respuesta al oficio No. 13308 del 19 de octubre de 2007 relacionado con el concepto técnico No. 1851, me permito manifestar lo siguiente:

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 nuevo capítulo reivindicatorio en el cual se realizaron las siguientes modificaciones:

1.1 Se reemplazó la expresión “depuración”, “depurado” por el término correcto “desorción” dentro de toda la solicitud. A este respecto, se emplea el término “desorción” que en términos fisicoquímicos hace referencia a que una sustancia se elimina de un líquido o un sólido mediante la absorción o adsorción.

1.2 Se especificó dentro de las reivindicaciones 1, 2, 10 que la presión a la cual se lleva a cabo la desorción se encuentra dentro de un intervalo de 0.15 y 1 MPa.

1.3 Se canceló la antigua reivindicación 3, debido a que la característica técnica de la presión se introdujo en las reivindicaciones 1, 2 y en la nueva reivindicación 10.

1.4 Se presentan las figuras 1 y 2 que esquematizan el proceso de la invención en estudio.

En este sentido, me permito decir que las anteriores modificaciones no amplían la materia objeto de la presente solicitud y se realizaron con el ánimo de brindar claridad de acuerdo con lo sugerido por el examinador.

Para este efecto, me permito acompañar el recibo número 08-1,813 del 8 de enero de 2008, con el cual queda cubierta la tasa correspondiente a la modificación en cuanto al capítulo reivindicatorio.

2. Claridad de la solicitud

Con las modificaciones anteriormente expuestas se cumple cabalmente con los requisitos establecidos por ese despacho en cuanto a términos ambiguos.

En este sentido, con el cambio del término “depuración” por el término técnico “desorción”, se supera la objeción de claridad en cuanto a la reivindicación 1.

De otra parte, en cuanto a que la reivindicación 2 es una reivindicación independiente, me permito decir que la misma se encuentra dirigida a un proceso para la preparación de ciclohexanona oxima en tanto que la reivindicación 1 se encuentra encaminada a un proceso para el tratamiento del medio acuoso que contiene ciclohexanona oxima y ciclohexanona. Estas dos reivindicaciones pueden co-existir en la solicitud en estudio y toda vez que buscan la protección del proceso global de la ciclohexanona oxima bajo las condiciones reveladas en la invención.

De otra parte, con relación a la antigua reivindicación 11 (nueva reivindicación 10) que revela la concentración del producto final, me permito decir que dicha reivindicación es dependiente de las reivindicaciones precedentes donde claramente se revela el medio acuoso sometido a desorción bajo condiciones específicas de presión, lo cual, contrario a lo manifestado por ese despacho hace que esta reivindicación se encuentre definiendo una condición (concentración) del producto sujeto de la desorción.

3. Nivel inventivo

En cuanto a este requisito manifiesta ese despacho que la anterioridad D1 (US3997607) se anticipa a la materia objeto de la presente solicitud y desvirtúa la altura inventiva de la invención. Sin embargo, me permito manifestar que no resulta apropiado mencionar esta anterioridad como relevante para desvirtuar la altura inventiva de la solicitud en cuestión, principalmente cuando el examinador indica que la única diferencia entre la solicitud en estudio son las condiciones

de "depuración".

Sobre este particular, se hace necesario señalar que la invención proporciona un proceso para tratar un medio acuoso que contiene ciclohexanona oxima y ciclohexanona, en donde dicho proceso comprende la desorción del medio acuoso con vapor, caracterizada la desorción porque se realiza a una presión por encima de 0.15 MPa.

En contraste a lo anteriormente expuesto, la anterioridad D1 no revela un proceso de desorción como el mostrado en la invención. De hecho, este documento revela y sugiere un tratamiento de calentamiento para ciertas corrientes de proceso en presencia de gases de nitrógeno, de tal modo que se inician reacciones químicas para la remoción/descomposición de impurezas como ciclohexilamina y otros catalizadores venenosos con la descarga de dióxido de carbono formado.

En este orden de ideas dirijo atentamente la atención del señor examinador a la columna 3, en las líneas 21 a 30, donde D1 claramente sugiere que el dióxido de carbono formado a partir de la ciclohexilamina se descarga como un gas, mientras que los ácidos dicarboxílicos formados a partir de la ciclohexil amina junto con la ciclohexil oxima son retirados del líquido para reciclado mediante extracción.

En este sentido, si D1 hace referencia a un problema parecido al de la presente invención, también es cierto que la forma como se soluciona es totalmente distinto a lo revelado en la presente invención. Así pues, lo que se debe juzgar aquí no es que si el problema sea el mismo o parecido sino la manera como se llega a la solución del mismo, en este caso no por extracción sino por desorción. Por lo cual, la manera como se soluciona el problema existente en la técnica que consistía en la actividad reducida del catalizador por la presencia de impurezas orgánicas, se soluciona de manera diferente e inesperada apartándose del camino trillado que enseñaba la técnica anterior (D1).

Así las cosas, una persona medianamente versada en la técnica no encontraría evidente ni deduciría de manera obvia la materia de la invención en cuestión a partir de lo revelado en D1. Es más, los ejemplos consignados en las nuevas páginas 15 a 22 y resumidos en las tablas I a III muestran como sorprendentemente se reduce el contenido de impurezas en esta corriente gracias a las condiciones de la presión de la corriente de vapor.

A continuación me permito mostrar las tablas donde efectivamente se puede apreciar lo anteriormente expuesto.

80
95

Tabla I. Resultados de la Desorción de un Medio Acuoso que contiene 1000 ppm de ciclohexanona oxima y ciclohexanona

Ejemplo	Presión de la corriente de vapor (Mpa)	Temperatura en °C	Contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona después de la desorción (en % en peso)	Concentración de la ciclohexanona en el vapor después de la desorción en % en peso
A	<u>0.10</u>	106	<u>0.012</u>	0.9
I	0.12	110	<u>0.006</u>	0.9
II	<u>0.15</u>	116	<u>0.002</u>	1.0
III	0.5	157	0.0004	1.0
IV	1.0	185	< 0.0001	1.0

Tabla II Resultados de la desorción de un medio acuoso que comprende 250 ppm de ciclohexanona oxima y ciclohexanona.

Ejemplo	Presión de la corriente de vapor (Mpa)	Temperatura en °C	Contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso después de la desorción (en % en peso)	Concentración de ciclohexanona en el vapor después de la desorción en % en peso
B	<u>0.10</u>	106	<u>0.003</u>	0.2
V	<u>0.12</u>	110	<u>0.001</u>	0.25
VI	<u>0.16</u>	118	<u>0.0005</u>	0.25
VII	0.17	121	0.0003	0.25
VIII	0.21	127	0.0002	0.25
IX	0.27	135	< 0.0001	0.25
X	0.5	157	< 0.0001	0.25

Tabla III. Resumen de resultados de los Experimentos 1 a 3 revelados en la descripción

Experimento	Concentración de hidroxilamonio en un medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima en mol/L	Contenido conjunto de ciclohexanona oxima en un medio acuoso que sale de la zona de síntesis de ciclohexanona oxima (ppm)
1	1.3	43
2	1.5	218
3	1.6	277

Por lo tanto, una persona versada no encontraría evidente que al aumentar la presión de la corriente de vapor se lograra reducir la concentración de los contaminantes en el medio acuoso mediante la desorción del mismo, a partir de lo revelado en D1 que es tratar una corriente con gases de nitrógeno. Es más, no se vería motivada a variar la presión de la corriente de vapor porque a partir de D1 ya que esta referencia no sugiere cambios de presión para una corriente similar como la mostrada en la solicitud en estudio.

En conclusión, me permito decir que a la luz de la modificación realizada en el capítulo reivindicatorio de la presente invención y los argumentos anteriormente expuestos, la solicitud cumple con los requerimientos de claridad y altura inventiva y por ende, solicito comedidamente a ese despacho conceder el privilegio de patente a la invención en cuestión.

Señor Superintendente,


JIMENA ESCOBAR URIBE
CC39.779.452 de Usaquén
T.P. 68228
Cód. 5376

46
87

... **COMERCIO**

1992, 1993, 1994, 1995, 1996, 1997, 1998, 1999, 2000, 2001, 2002, 2003, 2004, 2005, 2006, 2007, 2008, 2009, 2010, 2011, 2012, 2013, 2014, 2015, 2016, 2017, 2018, 2019, 2020, 2021, 2022, 2023, 2024, 2025, 2026, 2027, 2028, 2029, 2030, 2031, 2032, 2033, 2034, 2035, 2036, 2037, 2038, 2039, 2040, 2041, 2042, 2043, 2044, 2045, 2046, 2047, 2048, 2049, 2050, 2051, 2052, 2053, 2054, 2055, 2056, 2057, 2058, 2059, 2060, 2061, 2062, 2063, 2064, 2065, 2066, 2067, 2068, 2069, 2070, 2071, 2072, 2073, 2074, 2075, 2076, 2077, 2078, 2079, 2080, 2081, 2082, 2083, 2084, 2085, 2086, 2087, 2088, 2089, 2090, 2091, 2092, 2093, 2094, 2095, 2096, 2097, 2098, 2099, 2100, 2101, 2102, 2103, 2104, 2105, 2106, 2107, 2108, 2109, 2110, 2111, 2112, 2113, 2114, 2115, 2116, 2117, 2118, 2119, 2120, 2121, 2122, 2123, 2124, 2125, 2126, 2127, 2128, 2129, 2130, 2131, 2132, 2133, 2134, 2135, 2136, 2137, 2138, 2139, 2140, 2141, 2142, 2143, 2144, 2145, 2146, 2147, 2148, 2149, 2150, 2151, 2152, 2153, 2154, 2155, 2156, 2157, 2158, 2159, 2160, 2161, 2162, 2163, 2164, 2165, 2166, 2167, 2168, 2169, 2170, 2171, 2172, 2173, 2174, 2175, 2176, 2177, 2178, 2179, 2180, 2181, 2182, 2183, 2184, 2185, 2186, 2187, 2188, 2189, 2190, 2191, 2192, 2193, 2194, 2195, 2196, 2197, 2198, 2199, 2200, 2201, 2202, 2203, 2204, 2205, 2206, 2207, 2208, 2209, 2210, 2211, 2212, 2213, 2214, 2215, 2216, 2217, 2218, 2219, 2220, 2221, 2222, 2223, 2224, 2225, 2226, 2227, 2228, 2229, 2230, 2231, 2232, 2233, 2234, 2235, 2236, 2237, 2238, 2239, 2240, 2241, 2242, 2243, 2244, 2245, 2246, 2247, 2248, 2249, 2250, 2251, 2252, 2253, 2254, 2255, 2256, 2257, 2258, 2259, 2260, 2261, 2262, 2263, 2264, 2265, 2266, 2267, 2268, 2269, 2270, 2271, 2272, 2273, 2274, 2275, 2276, 2277, 2278, 2279, 2280, 2281, 2282, 2283, 2284, 2285, 2286, 2287, 2288, 2289, 2290, 2291, 2292, 2293, 2294, 2295, 2296, 2297, 2298, 2299, 2300, 2301, 2302, 2303, 2304, 2305, 2306, 2307, 2308, 2309, 2310, 2311, 2312, 2313, 2314, 2315, 2316, 2317, 2318, 2319, 2320, 2321, 2322, 2323, 2324, 2325, 2326, 2327, 2328, 2329, 2330, 2331, 2332, 2333, 2334, 2335, 2336, 2337, 2338, 2339, 2340, 2341, 2342, 2343, 2344, 2345, 2346, 2347, 2348, 2349, 2350, 2351, 2352, 2353, 2354, 2355, 2356, 2357, 2358, 2359, 2360, 2361, 2362, 2363, 2364, 2365, 2366, 2367, 2368, 2369, 2370, 2371, 2372, 2373, 2374, 2375, 2376, 2377, 2378, 2379, 2380, 2381, 2382, 2383, 2384, 2385, 2386, 2387, 2388, 2389, 2390, 2391, 2392, 2393, 2394, 2395, 2396, 2397, 2398, 2399, 2400, 2401, 2402, 2403, 2404, 2405, 2406, 2407, 2408, 2409, 2410, 2411, 2412, 2413, 2414, 2415, 2416, 2417, 2418, 2419, 2420, 2421, 2422, 2423, 2424, 2425, 2426, 2427, 2428, 2429, 2430, 2431, 2432, 2433, 2434, 2435, 2436, 2437, 2438, 2439, 2440, 2441, 2442, 2443, 2444, 2445, 2446, 2447, 2448, 2449, 2450, 2451, 2452, 2453, 2454, 2455, 2456, 2457, 2458, 2459, 2460, 2461, 2462, 2463, 2464, 2465, 2466, 2467, 2468, 2469, 2470, 2471, 2472, 2473, 2474, 2475, 2476, 2477, 2478, 2479, 2480, 2481, 2482, 2483, 2484, 2485, 2486, 2487, 2488, 2489, 2490, 2491, 2492, 2493, 2494, 2495, 2496, 2497, 2498, 2499, 2500, 2501, 2502, 2503, 2504, 2505, 2506, 2507, 2508, 2509, 2510, 2511, 2512, 2513, 2514, 2515, 2516, 2517, 2518, 2519, 2520, 2521, 2522, 2523, 2524, 2525, 2526, 2527, 2528, 2529, 2530, 2531, 2532, 2533, 2534, 2535, 2536, 2537, 2538, 2539, 2540, 2541, 2542, 2543, 2544, 2545, 2546, 2547, 2548, 2549, 2550, 2551, 2552, 2553, 2554, 2555, 2556, 2557, 2558, 2559, 2560, 2561, 2562, 2563, 2564, 2565, 2566, 2567, 2568, 2569, 2570, 2571, 2572, 2573, 2574, 2575, 2576, 2577, 2578, 2579, 2580, 2581, 2582, 2583, 2584, 2585, 2586, 2587, 2588, 2589, 2590, 2591, 2592, 2593, 2594, 2595, 2596, 2597, 2598, 2599, 2600, 2601, 2602, 2603, 2604, 2605, 2606, 2607, 2608, 2609, 2610, 2611, 2612, 2613, 2614, 2615, 2616, 2617, 2618, 2619, 2620, 2621, 2622, 2623, 2624, 2625, 2626, 2627, 2628, 2629, 2630, 2631, 2632, 2633, 2634, 2635, 2636, 2637, 2638, 2639, 2640, 2641, 2642, 2643, 2644, 2645, 2646, 2647, 2648, 2649, 2650, 2651, 2652, 2653, 2654, 2655, 2656, 2657, 2658, 2659, 2660, 2661, 2662, 2663, 2664, 2665, 2666, 2667, 2668, 2669, 2670, 2671, 2672, 2673, 26

RECIBO OFICIAL DE CAJA : OS - 1,813
: ENERO 8 DE 2008

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	Nº. PAGO	FECHA PGO	IMP. PAGO
CLARKE NODET Y CO. COLOMB	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754287	2662754	08/01/2008	40,235,000.00

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

RESPONSIBLE 14-01

RECIBO DE CASH APLICADO AL EXPEDIENTE No.

PROCESO PARA EL TRATAMIENTO DE UN MEDIO ACUOSO QUE CONTIENE
CICLOHEXANONA OXIMA Y CICLOHEXANONA

5 La presente invención se refiere a un proceso para el tratamiento de un medio acuoso que contiene ciclohexanona oxima y ciclohexanona. La invención también se refiere a un proceso de preparación de ciclohexanona oxima.

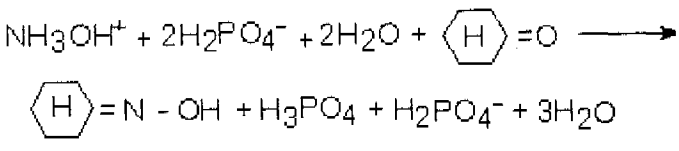
10 La ciclohexanona oxima se puede producir mediante un proceso en el cual un amortiguado, un medio acuoso que contiene amortiguadores de ácidos o sales ácidas, por ejemplo un amortiguador de fosfatos, y sales amortiguadoras derivadas de estos ácidos, se recicla continuamente entre una zona de síntesis de hidroxilamonio en la cual el nitrato o el óxido de nitrógeno se reducen catalíticamente con hidrógeno molecular a hidroxilamonio, y una zona de síntesis
15 de ciclohexanona oxima donde el hidroxilamonio reacciona con ciclohexanona para formar ciclohexanona oxima. Después de tener enriquecida en hidroxilamonio la zona de síntesis de hidroxilamonio, el medio acuoso se pasa desde la zona de síntesis del hidroxilamonio a la zona de síntesis de la ciclohexanona oxima. La ciclohexanona oxima se puede separar del medio acuoso que se recicla a la zona
20 de síntesis de hidroxilamonio. Antes de que el medio acuoso se recicle a la zona de síntesis de hidroxilamonio, puede ser enriquecido con el nitrato requerido por adición de ácido nítrico o por absorción de gases nitrosos en el medio acuoso con lo cual se forma ácido nítrico in situ.

Las reacciones químicas netas que ocurren durante el proceso se representan por las siguientes ecuaciones:

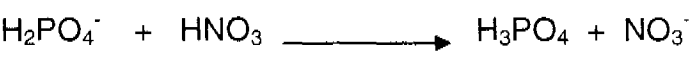
1) preparación de hidroxilamonio:



5 2) Preparación de la oxima:



3) Suministro de ácido nítrico para compensar la disminución de la fuente de iones nitrato después de remover la oxima formada:



10

El catalizador utilizado en la preparación de hidroxilamonio es generalmente paladio y/o platino sobre un material soporte de carbón o alúmina. La actividad del catalizador se afecta adversamente por la presencia de contaminantes orgánicos tales como ciclohexanona y ciclohexanona oxima, presentes en la corriente reciclada.

15

El documento US 3, 940, 442 describe un proceso en donde un medio acuoso que deja la síntesis de ciclohexanona oxima esta sujeto a una etapa de desorción para remover las cantidades traza de ciclohexanona oxima antes de reciclarlo a la zona de síntesis de hidroxilamina con el objeto de prevenir el envenenamiento del catalizador en la zona de síntesis de hidroxilamina. La etapa de desorción descrita en US 3, 940, 442 se realiza en una columna de destilación a presión atmosférica.

20

Ahora se encuentra que la eficiencia en la disminución de la concentración de ciclohexanona y ciclohexanona oxima en el medio acuoso se mejora marcadamente con el aumento de la presión.

5

En consecuencia, la invención proporciona un proceso para tratar un medio acuoso que contiene ciclohexanona oxima y ciclohexanona, dicho proceso comprende desorción del medio acuoso con vapor, caracterizada dicha desorción porque se lleva a cabo a una presión más alta que 0.11 MPa.

10

La invención también proporciona un proceso para preparar ciclohexanona oxima, dicho proceso comprende:

15 Pasar un medio acuoso que contiene fosfato desde una zona de síntesis de hidroxilamonio a una zona de síntesis de ciclohexanona oxima, desde la zona de síntesis de ciclohexanona oxima hasta una zona de desorción y desde la zona de desorción devolverlo a la zona de síntesis de hidroxilamonio,

en dicha zona de síntesis de hidroxilamonio, la preparación de hidroxilamonio se hace por reducción catalítica de nitrato o de óxido de nitrógeno con hidrógeno;

20 en dicha zona de síntesis de ciclohexanona oxima, la preparación de ciclohexanona oxima se hace mediante reacción de hidroxilamonio con ciclohexanona;

en dicha zona de desorción, la desorción del medio acuoso con vapor, se caracteriza por que se lleva a cabo a una presión mayor que 0.11 MPa.

25

De acuerdo con la invención el medio acuoso obtenido después de la desorción puede tener una concentración mas baja de ciclohexanona y ciclohexanona oxima. Es posible que el medio acuoso que se somete a desorción tenga una concentración aumentada de ciclohexanona y ciclohexanona oxima, con ninguno o solamente un limitado aumento de la concentración de ciclohexanona y ciclohexanona oxima en el medio acuoso obtenido después de la desorción . Esto es ventajoso ya que las etapas de separación previas a la desorción se pueden omitir o realizar en una menor extensión. Más aún, altas cantidades de hidroxilamonio se pueden convertir en la zona de síntesis de ciclohexanona oxima con ninguno o con solamente un aumento limitado de la concentración de ciclohexanona y ciclohexanona oxima en el medio acuoso obtenido después de la desorción , y que entra a la zona de síntesis de hidroxilamonio. Una ventaja adicional del proceso de acuerdo con la invención es que se puede utilizar menos vapor para obtener la disminución deseada de la concentración de ciclohexanona y ciclohexanona oxima. Otra ventaja es que se pueden obtener en la corriente de vapor cantidades aumentadas de ciclohexanona.

De acuerdo con la invención la desorción se lleva a cabo a una presión más alta que 0.11 MPa. Preferiblemente, la desorción se lleva a cabo a una presión más alta de 0.13 MPa, más preferiblemente más alta de 0.15 MPa, en particular más alta que 0.20 MPa. Por aumento de la presión, la eficiencia en la disminución de la concentración de ciclohexanona y ciclohexanona oxima en el medio acuoso además se aumenta. No hay un límite superior específico para la presión. La desorción se puede llevar a cabo a una presión más baja que 1 MPa, usualmente

más baja que 0.6MPa. La presión se puede ajustar por cualquier método adecuado, por ejemplo usando una válvula de presión.

Preferiblemente, la desorción se lleva a cabo a una temperatura más alta de 106 °C, más preferiblemente más alta de 110 °C, en particular más alta de 115 °C, en particular más alta de 125 °C. No hay un límite superior específico para la temperatura. La desorción se puede llevar a cabo a una temperatura menor de 185 °C, usualmente menor que 160 °C.

10 La desorción se puede realizar en una zona de desorción adecuada donde el vapor se pasa a través del medio acuoso. El medio acuoso y el vapor se pueden poner en contacto por un método adecuado, preferiblemente poniendo en contacto el medio acuoso y el vapor en flujo contracorriente. Una corriente de vapor que comprende vapor y compuestos orgánicos se descarga desde la zona de desorción .

La corriente de vapor puede incluir compuestos orgánicos los cuales estaban originalmente presentes en el medio acuoso antes de entrar a la zona de desorción , e.g., ciclohexanona y/o compuestos orgánicos que se forman en la zona de desorción por conversión de ciclohexanona oxima en otros productos, en particular en ciclohexanona. Típicamente los compuestos orgánicos en la corriente de vapor incluyen ciclohexanona.

Preferiblemente, la corriente de vapor que se descarga desde la zona de desorción tiene una presión más alta de 0.11 MPa, más preferiblemente más alta

de 0.13 MPa, más preferiblemente más alta de 0.15 MPa, en particular más alta de 0.20 MPa. No hay un límite superior para la presión de la corriente de vapor que se descarga desde la zona de desorción . La corriente de vapor que se descarga desde la zona de desorción puede tener una presión menor de 1 MPa, generalmente menor que 0.6 MPa. Dichas presiones se refieren a la presión de la corriente de vapor en el punto donde se descarga desde la zona de desorción .

Preferiblemente, la corriente de vapor que se descarga desde la zona de desorción tiene una temperatura más alta de 106 °C, más preferiblemente más alta de 110 °C, en particular más alta de 115 °C, en particular más alta de 125 °C. No hay un límite superior específico para la temperatura de la corriente de vapor que se descarga desde la zona de desorción . La corriente de vapor que se descarga desde la zona de desorción puede tener una temperatura por debajo de 185 °C, usualmente por debajo de 160 °C. Dichas temperaturas se refieren a la temperatura de la corriente de vapor en el punto donde se descarga desde la zona de desorción .

Preferiblemente, la velocidad superficial del gas de dicha corriente que pasa a través de la zona de desorción está entre 0.2 y 3 m/s, más preferiblemente entre 0.4 y 1.5 m/s. Como aquí se usa la velocidad superficial del gas se refiere al flujo volumétrico del gas (en m³/s) dividido entre el área de la sección transversal libre de la zona de desorción (en m²). El tiempo de residencia del medio acuoso en la zona de desorción está preferiblemente entre 0.5 y 60 minutos.

El vapor se puede obtener de cualquier fuente, por ejemplo por evaporación de agua desde el medio acuoso. Puede obtenerse evaporando parte del agua del medio acuoso en la zona de desorción. También es posible evaporar parte del agua del medio acuoso antes que el medio acuoso entre a la zona de desorción o después que el medio acuoso haya sido descargado de la zona de desorción. En una incorporación preferida, el proceso comprende obtener dicho vapor por evaporación del agua del medio acuoso en una cantidad de 20-400 Kg. de agua por m^3 de medio acuoso, más preferiblemente en una cantidad de 50-200 Kg. de agua por m^3 de medio acuoso.

10

Se puede utilizar cualquier recipiente adecuado como zona de desorción. Preferiblemente, la zona de desorción es una columna. Preferiblemente, tal columna es una columna de platos o una columna empacada. La columna de platos puede ser cualquier columna adecuada ajustada con platos, por ejemplo bandejas de tamiz, casquillos de burbuja o bandejas de válvula.

15

En una incorporación preferida el medio acuoso contiene fosfato, preferiblemente entre 2.0 – 8.0 moles de fosfato por litro de medio acuoso. El fosfato puede estar presente como H_3PO_4 , H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} y/o PO_4^{3-} . Preferiblemente el medio acuoso está amortiguado. Preferiblemente, el medio acuoso es un medio acuoso ácido. Preferiblemente, el medio acuoso que se somete a desorción tiene un pH de entre 0 y 4, más preferiblemente entre 0.5 y 4. En una incorporación preferida, el medio que se somete a desorción contiene 2.0 – 8.0 moles de fosfato, 0.5 – 8.0 moles de amonio (NH_4^+) y 0.1 – 5.0 moles de nitrato (NO_3^-) por litro de medio acuoso.

20

Como aquí se usa el contenido de fosfato se refiere al contenido conjunto de

25

H_3PO_4 , $H_2PO_4^-$, HPO_4^{2-} y PO_4^{3-} por litro de medio acuoso. Como aquí se usa el medio acuoso que se somete a desorción se refiere al medio acuoso que entra a la zona de desorción.

- 5 Preferiblemente el contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso que se somete a desorción es menor de 0.5% en peso, más preferiblemente, menor de 0.2% en peso, en particular menor de 0.1% en peso, más en particular menor de 0.05% en peso, en particular menor de 0.02% en peso. Dichos porcentajes en peso se dan con respecto al peso del medio acuoso.
- 10 Un contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona más bajo tiene la ventaja de disminuir la tendencia a la pérdida de sal vía la corriente de vapor.

El contenido conjunto de ciclohexanona y ciclohexanona oxima en el medio acuoso que sale de la zona de desorción puede ser menor de 0.02% en peso.

- 15 Preferiblemente, contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso que sale de la zona de desorción es menor de 0.01% en peso, más preferiblemente menor de 0.002% en peso, en particular menor de 0.0005% en peso, más en particular menor de 0.0002% en peso, aún más preferiblemente menor de 0.0001% en peso. Dichos porcentajes en peso se dan con respecto al
- 20 peso del medio acuoso que sale de la zona de desorción.

Ventajosamente el proceso abarca la ocurrencia de intercambio de calor entre la descarga de corriente de vapor y un proceso líquido. Esta es una manera efectiva para utilizar el calor de la corriente de vapor. Preferiblemente, dicho proceso

- 25 líquido es un proceso líquido en un proceso de producción de caprolactama.

Ejemplos de procesos líquidos adecuados incluyen productos orgánicos que comprenden ciclohexanona oxima en un solvente orgánico, e.g., tolueno, o una solución de sulfato de amonio. Preferiblemente, el proceso comprende retirar dicho producto orgánico desde la zona de síntesis de ciclohexanona oxima.

5 Preferiblemente, dicho intercambio de calor comprende la alimentación de dicha corriente de vapor a un intercambiador de calor. En una incorporación preferida dicho intercambiador de calor es una caldera de una columna de destilación, por ejemplo una columna de destilación en donde la ciclohexanona oxima se separa de un producto orgánico que comprende ciclohexanona y un solvente orgánico, o

10 un intercambiador de calor de un cristalizador, por ejemplo un cristalizador en donde el agua se evapora desde una solución de sulfato de amonio para efectuar la cristalización de cristales de sulfato de amonio.

La ciclohexanona se puede separar desde la corriente de vapor, por ejemplo por

15 separación de fases. La ciclohexanona separada se puede recircular a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima.

Generalmente, la concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima es mayor de 0.8 mol/L.

20 Preferiblemente, la concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima es mayor de 1.8 mol/L, más preferiblemente más alta de 1.2. mol/L más preferiblemente más alta de 1.4 mol/L, en particular más alta de 1.6 mol/L. Es ventajoso el incremento de la concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso que entra a la zona de

25 síntesis de ciclohexanona oxima, ya que esto puede producir un incremento en la

97
97

conversión de hidroxilamonio y/o pequeñas pérdidas de hidroxilamonio por descomposición. Una concentración de hidroxilamonio incrementada en el medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima se puede alcanzar por ejemplo por incremento en el tiempo de residencia en la zona de síntesis de
5 hidroxilamonio y/o por incremento en la concentración de nitrato en el medio acuoso que entra a la zona de síntesis de hidroxilamonio. No hay un límite superior específico para la concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima. Generalmente la concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso que entra a la zona de
10 síntesis de ciclohexanona oxima está por debajo de 2.5 mol/L.

Nosotros encontramos que un incremento en la concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima puede resultar en un incremento de la concentración de contaminantes orgánicos, en
15 particular ciclohexanona y ciclohexanona oxima, en el medio acuoso que sale de la zona de síntesis de ciclohexanona oxima. Las cantidades incrementadas de compuestos orgánicos se pueden disminuir ventajosamente por los procesos de acuerdo con la invención.

20 En la zona de síntesis de ciclohexanona oxima, el hidroxilamonio se hace reaccionar con ciclohexanona para formar ciclohexanona oxima, preferiblemente en presencia de un solvente orgánico. Se puede usar cualquier solvente orgánico adecuado en el cual la ciclohexanona y la ciclohexanona oxima se puedan disolver. Preferiblemente, el solvente orgánico se selecciona del grupo que
25 consiste de benceno, tolueno, xileno, metilciclopentano, ciclohexano, y mezclas

de los mismos. Más preferiblemente, el solvente orgánico es tolueno. Un proceso adecuado se describe por ejemplo en GB-A-1, 138, 750. En una incorporación preferida, la reacción del hidroxilamonio con la ciclohexanona se efectúa por contacto del medio acuoso y una corriente orgánica que comprende ciclohexanona y el solvente orgánico en flujo contracorriente. La ciclohexanona oxima producida se puede descargar desde la zona de síntesis de ciclohexanona oxima por cualquier método adecuado, preferiblemente retirando un producto orgánico desde la zona de síntesis de ciclohexanona oxima, dicho producto orgánico comprende la ciclohexanona oxima y el solvente orgánico. El solvente orgánico y la ciclohexanona se pueden introducir en la zona de síntesis de ciclohexanona oxima en cualquier punto apropiado, preferiblemente corriente abajo del punto donde el producto orgánico se extrae de la zona de síntesis de la ciclohexanona oxima (visto en la dirección del flujo del medio acuoso). Más preferiblemente, el solvente orgánico y la ciclohexanona son introducidos a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima corriente abajo del punto donde el producto orgánico se descarga desde la zona de síntesis de la ciclohexanona oxima, y el solvente orgánico se introduce corriente abajo del punto donde la ciclohexanona oxima se introduce en la zona síntesis de ciclohexanona oxima (visto en la dirección del flujo del medio acuoso). Esta incorporación tiene la ventaja que la extracción de cantidades residuales de ciclohexanona y ciclohexanona oxima del medio acuoso se mejora. Como se utiliza aquí, la zona entre el punto donde el producto orgánico deja la zona de síntesis de ciclohexanona oxima y el punto donde la ciclohexanona se introduce en la zona de síntesis de ciclohexanona oxima también se refiere como zona de reacción. Como se utiliza aquí la zona entre el punto donde la ciclohexanona se introduce en la zona de síntesis de la

- ciclohexanona oxima y el punto donde el solvente orgánico se introduce en la zona de síntesis de ciclohexanona oxima también se refiere como zona de extracción. Para la zona de reacción y la zona de extracción, se pueden utilizar tipos conocidos de reactores de contra-flujo, tales como por ejemplo, columnas pulsadas llenas con cuerpos de empaquetamiento o reactores de discos rotatorios. También es posible utilizar un sistema que comprende un número, e. g., de 3 a 6, reactores conectados en serie equipados con agitadores, cada uno de estos reactores también provistos con un separador líquido-líquido.
- 10 La zona de síntesis ciclohexanona oxima preferiblemente se opera a una temperatura entre 40 a 150° C preferiblemente, el medio de reacción que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima, tiene un pH entre 1 y 6, más preferiblemente entre 1.5 y 4.
- 15 En la zona de síntesis de hidroxilamonio, el hidroxilamonio, se produce por reducción catalítica de nitrato o de óxido de nitrógeno con hidrógeno. La zona de síntesis de hidroxilamonio se puede operar en un intervalo de temperatura de 20 a 100° C. preferiblemente 30–90° C, más preferiblemente 40–65° C y a presión atmosférica, presiones sub-atmosféricas o presiones elevadas, 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 de 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, relativo al peso total de soporte más catalizador. Preferiblemente el

400
00

catalizador es un catalizador que contiene paladio por ejemplo, un catalizador de paladio o de paladio-platino, presente sobre un soporte, tal como por ejemplo, un soporte de carbón o de alúmina. Generalmente, el catalizador está presente en la zona de síntesis de hidroxilamonio en una cantidad de 0.2 – 5% en peso, relativo
5 al peso total de líquido en el(los) reactor(es) de hidroxilamonio.

La zona de síntesis de hidroxilamonio no está limitada a un reactor específico. Se puede utilizar un reactor con un agitador mecánico. Preferiblemente, el reactor es una columna, preferiblemente una columna de burbuja o burbujeadora. Un
10 ejemplo de una adecuada columna de burbuja, se describe en NL – A – 6908934.

Breve Descripción de los Dibujos

FIG. 1 Es un diagrama esquemático de una incorporación de la columna de
15 desorción .

FIG. 2 Es un diagrama esquemático de una incorporación de un proceso de acuerdo con la presente invención.

Descripción de una Modalidad

Refiriéndose a la FIG. 1, A representa una columna de desorción . El medio acuoso que contiene ciclohexanona y ciclohexanona oxima, se alimenta vía línea 1 a A. El medio acuoso ya sometido a desorción que contiene una cantidad
25 disminuida de ciclohexanona y ciclohexanona oxima deja la zona de desorción A

vía línea 2. El vapor se genera en el fondo de la columna de desorción por suministro de calor (Q) vía un calentador. El vapor hace contacto con el medio acuoso por un flujo en contracorriente y en la parte alta de la columna, una corriente de vapor que comprende vapor y ciclohexanona se descarga desde la columna de desorción a través de la línea 3.

Refiriéndose a la FIG.2, A representa la zona de desorción como se describió bajo la FIG. 1. El medio acuoso, descargado desde la zona de desorción A, se recicla a la zona B de síntesis de hidroxilamonio vía línea 2. El medio acuoso se puede enriquecer con iones nitrato por adición de ácido nítrico y/o absorción de gases nitrosos a través de la línea 4. En la zona B se produce hidroxilamonio por reducción catalítica de nitrato con hidrógeno. El hidrógeno se alimenta vía línea 5 a la zona B, que contiene catalizador e iones nitrato; el hidrógeno que no reacciona, se descarga con otros gases, vía línea 6. Después de que se ha enriquecido en hidroxilamonio, en la zona B, el medio acuoso se pasa por la zona de síntesis de ciclohexanona oxima vía línea 7. La zona de síntesis de ciclohexanona oxima comprende la zona de reacción C y la zona de extracción D. La ciclohexanona a ser convertida en ciclohexanona oxima en la zona C se alimenta a la zona C en un solvente orgánico a través de la línea 8. La ciclohexanona se introduce al solvente orgánico vía línea 9. La mayor parte de la ciclohexanona oxima producida y disuelta en el solvente orgánico se remueve del sistema vía línea 10. El medio acuoso se pasa desde la zona de reacción C a la zona de extracción D a través de la línea 11. Al sobrepasar la zona de reacción C, el contenido de hidroxilamonio del medio acuoso se ha disminuido por reacción y contiene pequeñas cantidades de ciclohexanona y ciclohexanona oxima. El

solvente orgánico entra a la zona de extracción D a través de la línea 12. En la zona de extracción D, la ciclohexanona oxima residual disuelta en un solvente orgánico se remueve del medio acuoso a través de la línea 13. A través de la línea 1, el medio acuoso abandona la zona de extracción D para ser alimentado a la zona de desorción A, completando el ciclo. El proceso se realiza continuamente. La invención se aclarará con los siguientes ejemplos sin que esté limitada a ellos.

Ejemplos y experimentos comparativos.

10 Experimento Comparativo A

Un medio acuoso se alimenta a la, parte superior de una columna de desorción , una columna equipada con 21 bandejas de tamiz, un punto de alimentación en la parte superior de la columna y una caldera en el fondo. Las dimensiones de la columna de desorción son como siguen: una altura de 0.8 m y un diámetro de 0.025 m. El medio acuoso que entra a la columna de desorción (10 litros/hora) comprende:

- 16 % en peso de H_3PO_4
- 17 % en peso de NH_4NO_3
- 20 7 % en peso de $NH_4H_2PO_4$
- 0.8 % en peso de fosfato de hidroxilamonio
- 0.1 % en peso de ciclohexanona oxima y ciclohexanona

La columna de desorción se opera bajo presión atmosférica, i.e., la corriente de vapor que sale de la columna tiene una presión de 0.1 MPa y una temperatura de

106 °C. El vapor se genera en la parte baja de la columna por evaporación de parte del medio acuoso ácido (1 Kg. por hora). El vapor que comprende agua y ciclohexanona sale de la columna de desorción en una cantidad de (1 Kg. por hora). El tiempo de residencia del medio acuoso ácido en la columna es de 5 minutos. El contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso que deja la columna es de 0.012 %. La cantidad de ciclohexanona que deja la columna con el vapor es de 0.9 % en peso. Los resultados se dan en la Tabla 1, Ejemplo A.

10 **Ejemplos I-IV**

Se realiza el mismo experimento que se describió en el experimento A excepto porque la columna de desorción se opera a presiones de 0.12, 0.15, y 1.0 MPa y a temperaturas de 110, 116, 157 y 185 °C, respectivamente. El contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso que sale de la columna es 0.006, 0.002, 0.0004 y < 0.0001 % en peso, respectivamente. La cantidad de ciclohexanona que sale de la columna con el vapor es 0.9, 1.0, 1.0 y 1.0 % en peso, respectivamente. Los resultados (dados en la Tabla 1) muestran que el incremento en la presión produce una disminución del contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso que sale de la columna, y una cantidad aumentada de ciclohexanona en el vapor.

Experimento de Referencia B

Se realiza el mismo experimento que se describió en el experimento comparativo A, excepto porque el contenido conjunto de ciclohexanona y ciclohexanona oxima en el medio acuoso que entra a la columna de desorción es de 0.025 % en peso. El contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso que sale de la columna es de 0.003 % en peso. La cantidad de ciclohexanona que deja la columna con el vapor es de 0.2% en peso. Los resultados se dan en la Tabla II.

Ejemplos V-X

Se realiza el mismo experimento que se describió en el experimento B excepto porque la columna de desorción se opera bajo presiones de 0.12, 0.16, 0.17, 0.21, 0.27, y 0.5 MPa y a las temperaturas de 110, 118, 121, 127, 135, y 157 °C, respectivamente. El contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso que sale de la columna es de 0.001, 0.0005, 0.0003, 0.0002, < 0.0001 y < 0.0001 % en peso, respectivamente. Los resultados (dados en la tabla II) muestran que las presiones aumentadas producen además una disminución en el contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso que sale de la columna.

405
(10)

Experimentos 1-3

En estos experimentos se utilizó la incorporación que se ilustró en la figura 2 para mostrar el efecto de un aumento en la concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima.

Experimento 1

En la zona B de síntesis de hidroxilamonio (que contiene un catalizador (8 % en peso de Pd y 2% en peso de Pt soportados sobre carbón) operada a una temperatura de 55 °C, a una presión de 1 MPa (presión parcial de hidrógeno)) se produjo un medio acuoso que tiene la siguiente composición:

1.30 moles de $\text{NH}_3\text{OH}\cdot\text{H}_2\text{PO}_4$

1.38 moles de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

0.665 moles de H_3PO_4

1.73 moles de NH_4NO_3

39.9 moles de H_2O

(Que corresponde a una concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso de 1.3 mol/L, y una concentración de fosfato de 3.34 mol/L) por unidad de tiempo, y alimentado continuamente a la zona de reacción C (una columna empacada pulsada, operada a 55 °C), junto con ciclohexanona y tolueno. La relación molar del hidroxilamonio alimentado a la zona de síntesis de la ciclohexanona oxima por unidad de tiempo a la ciclohexanona alimentada a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima por unidad de tiempo, i.e., la relación del hidroxilamonio (en

mol/s)/ ciclohexanona (en mol/s) fue 0.95. Sustancialmente todo el hidroxilamonio reaccionó para formar ciclohexanona oxima. La ciclohexanona oxima disuelta en el tolueno se retiró desde la zona C, siendo la concentración de ciclohexanona 38 % en peso (respecto de la suma del peso de tolueno + ciclohexanona oxima). El medio acuoso que sale de la zona C se alimentó a la zona de extracción D (una columna empacada pulsada, operada a 70 °C), junto con el tolueno.

El contenido conjunto de ciclohexanona y ciclohexanona oxima en el medio acuoso que sale de la zona de extracción D fue de 0.0043 % en peso (43 ppm).

10

Experimento 2

En este ejemplo todas las condiciones fueron las mismas que en los ejemplos previos, excepto porque el medio acuoso que sale de la zona B de síntesis de hidroxilamonio y que entra a la zona de reacción C tenía la siguiente composición:

15

- 1.50 moles de $\text{NH}_3\text{OH}\cdot\text{H}_2\text{PO}_4$
- 1.45 moles de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$
- 0.39 moles de H_3PO_4
- 1.65 moles de NH_4NO_3
- 39.8 moles de H_2O

20

(Que corresponde a una concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso de 1.5 mol/L, y una concentración de fosfato de 3.34 mol/L). El contenido conjunto de

ciclohexanona y ciclohexanona oxima en el medio acuoso que sale de la zona de extracción D fue de 0.0218 % en peso (218 ppm).

Experimento 3

5

En este ejemplo todas las condiciones fueron las mismas que en los ejemplos previos, excepto porque el medio acuoso que sale de la zona B de síntesis de hidroxilamonio y que entra a la zona de reacción C tenía la siguiente composición:

- 10 1.60 moles de $\text{NH}_3\text{OH}\cdot\text{H}_2\text{PO}_4$
- 1.45 moles de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$
- 0.30 moles de H_3PO_4
- 1.65 moles de NH_4NO_3
- 39.6 moles de H_2O

15

(Que corresponde a una concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso de 1.6 mol/L, y una concentración de fosfato de 3.34 mol/L). El contenido conjunto de ciclohexanona y ciclohexanona oxima en el medio acuoso que sale de la zona de extracción D fue de 0.0277 % en peso (277 ppm).

20

La tabla 3 da un resumen de los experimentos 1 a 3. Estos experimentos muestran que un aumento de la concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima produce un incremento de la concentración de ciclohexanona y ciclohexanona oxima en el medio acuoso que sale de la zona de síntesis de la ciclohexanona oxima. La

25

408
105

concentración aumentada de ciclohexanona y ciclohexanona oxima puede separarse ventajosamente del medio acuoso por el proceso de desorción mejorado de acuerdo con la invención.

5 **Tabla I. Resultados de la Desorción de un Medio Acuoso que contiene 1000 ppm de ciclohexanona oxima y ciclohexanona**

Ejemplo	Presión de la corriente de vapor (Mpa)	Temperatura en °C	Contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona después de la desorción (en % en peso)	Concentración de la ciclohexanona en el vapor después de la desorción en % en peso
A	0.10	106	0.012	0.9
I	0.12	110	0.006	0.9
II	0.15	116	0.002	1.0
III	0.5	157	0.0004	1.0
IV	1.0	185	< 0.0001	1.0

TC9
109

Tabla II Resultados de la desorción de un medio acuoso que comprende 250 ppm de ciclohexanona oxima y ciclohexanona.

Ejemplo	Presión de la corriente de vapor (Mpa)	Temperatura en °C	Contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso después de la desorción (en % en peso)	Concentración de ciclohexanona en el vapor después de la desorción en % en peso
B	0.10	106	0.003	0.2
V	0.12	110	0.001	0.25
VI	0.16	118	0.0005	0.25
VII	0.17	121	0.0003	0.25
VIII	0.21	127	0.0002	0.25
IX	0.27	135	< 0.0001	0.25
X	0.5	157	< 0.0001	0.25

5

Tabla III. Resumen de resultados de los Experimentos 1 a 3

Experimento	Concentración de hidroxilamonio en un medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima en mol/L	Contenido conjunto de ciclohexanona oxima en un medio acuoso que sale de la zona de síntesis de ciclohexanona oxima (ppm)
1	1.3	43
2	1.5	218
3	1.6	277

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para el tratamiento de un medio acuoso que contiene ciclohexanona oxima y ciclohexanona, dicho proceso comprende la desorción del medio acuoso con vapor, caracterizado porque dicha desorción se lleva a cabo a una presión entre 0.15 y 1 MPa.

2. Un proceso para preparar ciclohexanona oxima, dicho proceso comprende:

Pasar un medio acuoso que contiene fosfato desde una zona de síntesis de hidroxilamonio a una zona de síntesis de ciclohexanona oxima, desde la zona de síntesis de ciclohexanona oxima a una zona de desorción y desde la zona de desorción devolverlo a la zona de síntesis de hidroxilamonio,

en dicha zona de síntesis de hidroxilamonio, produciendo el hidroxilamonio por reducción catalítica de nitrato u óxido de nitrógeno con hidrógeno;

en dicha zona de síntesis de ciclohexanona oxima, produciendo la ciclohexanona oxima por reacción de hidroxilamonio con ciclohexanona; caracterizada porque la desorción del medio acuoso con vapor en la zona de desorción se lleva a cabo a presión entre 0.15 y 1 MPa.

3. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, caracterizado porque la velocidad del gas superficial de dicho vapor está entre 0.2 y 3 m/s.

111

4. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el proceso comprende la obtención de dicho vapor mediante la evaporación de agua desde el medio acuoso.

5 5. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 4, caracterizado porque dicha desorción se lleva a cabo en una columna.

6. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado porque dicha columna es una columna de platos o una columna empacada.

10

7. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el medio acuoso es un medio acuoso ácido.

8. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el medio acuoso sometido a desorción tiene un pH entre 0 y

15

4.

9. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el medio acuoso sometido a desorción contiene 2.0 – 8.0

20

mol/L de fosfato, 0.5 – 8.0 mol/L de amonio y 0.1 – 5.0 mol/L de nitrato.

10. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde el contenido conjunto de ciclohexanona oxima y ciclohexanona en el medio acuoso sometido a desorción se encuentra entre 0.5 y 0.02 % en peso.

25

11. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde dicha desorción se lleva a cabo en una zona de desorción, y en donde el proceso comprende la descarga de una corriente de vapor desde dicha zona de desorción, dicha corriente de vapor teniendo presión entre 0.15 y 1 MPa.

5

12. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque dicha corriente de vapor comprende vapor y ciclohexanona.

10 13. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde el proceso comprende intercambio de calor desde la corriente de vapor hacia un proceso líquido.

15 14. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 13, caracterizado porque dicho proceso líquido es un proceso líquido en un proceso de producción de caprolactama.

15. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 14, caracterizado porque dicho proceso líquido es una mezcla que comprende tolueno y ciclohexanona oxima.

20 16. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 2 y cualquiera de las reivindicaciones 2 a 15, caracterizado porque la concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima se encuentra entre 1.0 y 2.5 mol/L.

17. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 16, caracterizado porque la concentración de hidroxilamonio en el medio acuoso que entra a la zona de síntesis de ciclohexanona oxima se encuentra entre 1.4 y 2.5 mol/L.

RESUMEN

La invención se refiere a un proceso para el tratamiento de un medio acuoso que
5 contiene ciclohexanona oxima y ciclohexanona, dicho proceso comprende
desorción del medio acuoso con vapor, en donde dicha desorción se lleva a cabo
a una presión más alta que 0.11 MPa. La invención también se refiere a un
proceso para la preparación de ciclohexanona oxima, el cual involucra desorción
a una presión más alta que 0.11 MPa

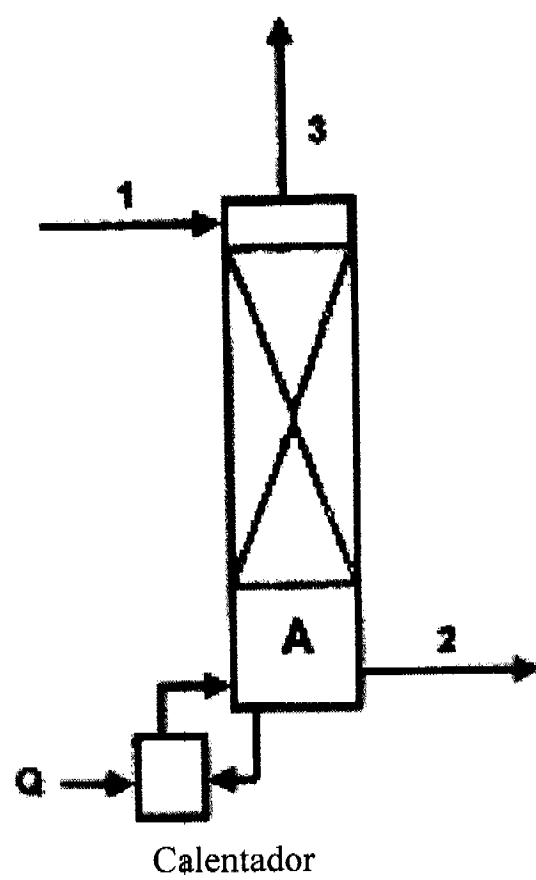


FIGURA 1

116

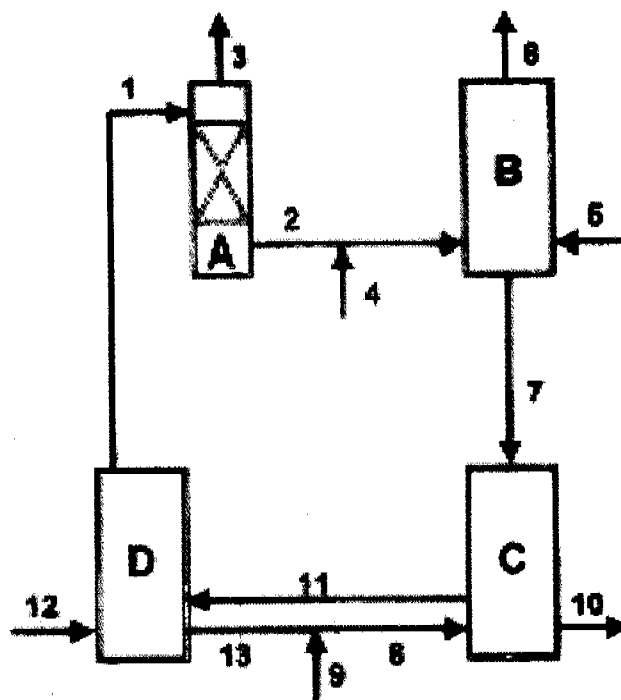


FIGURA 2

**SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES**

Radicación No. 04056825

Clasificación Internacional (IPC): C07C 249/08.

Concepto Técnico No. 394

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

No. Sol. Internacional: WO 03/048110

Fecha de Presentación Internacional: 4 de Diciembre de 2001

Como resultado del examen definitivo, realizado con fundamento en el artículo 48 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica:

1. Documentos estudiados

- 1.1. Capítulo descriptivo: Folios 9 a 32 como se radicó inicialmente.
Folios 88 a 109 segunda radicación.
- 1.2. Capítulo reivindicatorio: Folios 33 a 36 como se radicó inicialmente.
Folios 110 a 113 segunda radicación.
- 1.3. Figuras: Folios 115 a 116.
- 1.4. Respuesta del solicitante: Folios: 82 a 86.

2. Objeto de la invención

Título de la solicitud: Proceso para el tratamiento de un medio acuoso que contiene ciclohexanona oxima y ciclohexanona. Folio 1.

Objeto de la invención: El objeto de la presente solicitud de patente de invención consiste en un procedimiento para el tratamiento de un medio de reacción acuoso que contiene ciclohexanona oxima y ciclohexanona, la invención también se refiere a un proceso de preparación de ciclohexanona oxima.

Reivindicaciones 1-17

Un proceso para el tratamiento de un medio acuoso que contiene ciclohexanona oxima y ciclohexanona.

Reivindicaciones 2-17

Un proceso para preparar ciclohexanona oxima.

El problema técnico planteado en esta solicitud radica en que la actividad del catalizador utilizado en la preparación de hidroxilamonio se afecta adversamente por la presencia de contaminantes orgánicos tales como ciclohexanona y ciclohexanona oxima, presentes en la corriente reciclada. Para solucionar este problema técnico la solicitud en estudio plantea un aumento de la presión obteniendo una disminución en la concentración de estos contaminantes orgánicos.

3. De la solicitud de Patente (según el caso)

3.1. Descripción (artículo 28 D. 486)

La descripción divulga la invención de manera suficientemente clara y completa para su comprensión. Por lo tanto la descripción sí cumple con el requisito de claridad y comprensión de acuerdo al art. 28 de la Decisión 486.

3.2. Reivindicaciones (artículo 30 D 486)

El capítulo reivindicatorio define la materia de la invención de forma clara y concisa y se encuentra lo suficientemente sustentado por la descripción. Por lo tanto el capítulo reivindicatorio sí cumple con el requisito de definición claridad, concisión y sustento por la descripción de acuerdo al art. 30 de la Decisión 486.

4. Unidad de invención (artículo 25 D 486)

La solicitud solo comprende una invención que relaciona un mismo concepto inventivo. En consecuencia la solicitud sí cumple con el requisito de unidad de invención.

5. No es una invención (artículo 15 D 486 literal a)-f)) (según causal)

La presente solicitud de patente no involucra ningún elemento que no sea considerado una invención. Por lo tanto las reivindicaciones 1-17 sí se consideran invenciones.

6. Excepción a la patentabilidad (artículo 20 D486 literal a)-d)) (según causal)

La presente solicitud de patente no involucra ninguna excepción a la patentabilidad. Por lo tanto las reivindicaciones 1-17 sí son patentables.

7. Reivindicaciones relativas a un uso o a un segundo uso (artículos 14 y 21 D 486)

La presente solicitud de patente no involucra ninguna reivindicación relativa a un uso ó un segundo uso. El objeto de la invención es un procedimiento. En consecuencia la materia de las reivindicaciones 1-17 es una invención.

8. Determinación del Estado de la Técnica

Considerando que la fecha de la solicitud internacional PCT fue 4 de Diciembre de 2001, se realizó la búsqueda en el estado de la técnica de documentos relacionados con fecha de publicación anterior a esta. Sin embargo no se encontraron documentos que afecten la patentabilidad del objeto de la presente solicitud de patente.

9. Análisis de patentabilidad (según requisito) (artículo 14 D486)

9.1 Novedad (artículo 16 D486)

La presente Solicitud de Patente No. 04056825, presenta un proceso para preparar ciclohexanona oxima que comprende. Pasar un medio acuoso que contiene fosfato desde una zona de síntesis de hidroxilamonio a una zona de síntesis de ciclohexanona oxima, desde la zona de síntesis de ciclohexanona a

una zona de desorción y desde la zona de desorción devolverlo a la zona de síntesis de hidroxilamonio:

En dicha zona de síntesis de hidroxilamonio se produce el hidroxilamonio por reducción catalítica de nitrato ú óxido de nitrógeno con hidrógeno.

En dicha zona de síntesis de la ciclohexanona oxima, se produce la ciclohexanona oxima por reacción del hidroxilamonio con ciclohexanona.

Caracterizada porque la desorción del medio acuoso con vapor en la zona de desorción se lleva a cabo a una presión entre 0.15 y 1MPa. (Proceso para el tratamiento del medio acuoso).

Después de realizada la comparación con el estado de la técnica no se encontró ningún documento que divulgara los mismos elementos presentados en la solicitud. Por lo tanto los procesos presentado en el capítulo reivindicatorio son novedosos.

9.2 Nivel inventivo (artículo18 D486)

El documento US3997607 presenta un procedimiento cíclico para la producción de la oxima de la ciclohexanona, caracterizado porque un medio de reacción ácido acuoso tamponando de fosfatos, es reciclado entre la zona de síntesis del hidroxilamonio y la zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona. En dicha zona de síntesis del hidroxilamonio, el hidroxilamonio se forma por reducción catalítica de nitrato con hidrógeno. Y en dicha zona de síntesis de la oxima de la ciclohexanona, reacciona el hidroxilamonio con la ciclohexanona para la formación de la oxima de la ciclohexanona. El medio de reacción es reciclado y tratado, calentando a 120°C, en presencia de gases nitrosos y a 1 atmósfera de presión con el fin de eliminar cantidades residuales de ciclohexanona y de la oxima de la ciclohexanona.

La solicitud en estudio presenta un proceso para preparar ciclohexanona oxima que comprende. Pasar un medio acuoso que contiene fosfato desde una zona de síntesis de hidroxilamonio a una zona de síntesis de ciclohexanona oxima, desde la zona de síntesis de ciclohexanona a una zona de desorción y desde la zona de desorción devolverlo a la zona de síntesis de hidroxilamonio:

En dicha zona de síntesis de hidroxilamonio se produce el hidroxilamonio por reducción catalítica de nitrato ú óxido de nitrógeno con hidrógeno.

En dicha zona de síntesis de la ciclohexanona oxima, se produce la ciclohexanona oxima por reacción del hidroxilamonio con ciclohexanona.

Caracterizada porque la desorción del medio acuoso con vapor en la zona de desorción se lleva a cabo a una presión entre 0.15 y 1MPa. (Proceso para el tratamiento del medio acuoso).

Aunque la solicitud en estudio presenta un proceso que incluye muchas de las etapas que divulga el documento US3997607. También involucra una etapa característica que consiste en la desorción del medio acuoso con vapor a una presión entre 0.15 y 1MPa.

Que hace a la invención novedosa y produce un efecto técnico sorprendente, puer en los ejemplos se evidencia una disminución notable en la concentración de contaminantes orgánicos que pueden aumentar el tiempo de vida y la actividad del catalizador.

Así que el problema técnico planteado en esta solicitud "la necesidad de disminuir los contaminantes orgánicos en la corriente reciclada, para preservar la actividad del catalizador" no se había resuelto previamente mediante el mismo tipo de procedimiento, más aun no se habían logrado concentraciones tan bajas de contaminantes orgánicos como las obtenidos mediante este proceso. Por esta

razón se considera que la etapa de tratamiento del medio acuoso con vapor a una presión entre 0.15 y 1MPa no es obvia para una persona medianamente versada en la materia, ni se deriva de manera evidente del estado de la técnica; produce en efecto sorprendente, soluciona el problema técnico planteado inicialmente y en consecuencia el proceso presentado de las reivindicaciones 1-17 posee nivel inventivo.

9.3 Aplicación industrial (artículo 19 D 486)

La invención de la presente solicitud es susceptible de aplicarse industrialmente. Por lo tanto cumple con el requisito de aplicación industrial.

10 Conclusión:

En consecuencia y por todo lo expuesto anteriormente, se recomienda **Conceder** las reivindicaciones: 1 a 17 (folios: 110 a 113).

Bogotá, D.C., 8 de Febrero de 2008

CONCEPTO TECNICO No. 394	EXAMINADOR TECNICO Código No.202085
--------------------------	--

As

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

RESOLUCION 5655

Por la cual se otorga una patente de invención

CERTIFICADO 16

Rad. PCT/ 04-56825

EL SUPERINTENDENTE DE INDUSTRIA Y COMERCIO
en ejercicio de sus facultades legales, en especial de las que se confirieron en el artículo
4, numeral 5 del decreto 2153 de 1992, y

CONSIDERANDO:

PRIMERO: Que la solicitud internacional PCT/NL 01/00884 de fecha 04 de diciembre del 2001, correspondiente a la patente de invención titulada "PROCESO PARA EL TRATAMIENTO DE UN MEDIO ACUOSO QUE CONTIENE CICLOHEXANONA OXIMA Y CICLOHEXANONA", fue radicada en esta Superintendencia el 17 de junio del 2004 bajo el número 04056825, para los efectos de que se dé comienzo a la fase nacional, en virtud del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT).

SEGUNDO: Que el extracto de esta solicitud fue publicado en la Gaceta de la Propiedad Industrial N° 559 del 30 de diciembre del 2005, sin que se hubieran presentado oposiciones por parte de terceros.

TERCERO: Que realizado el examen de fondo se requirió al solicitante en los términos del artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, para que presentara respuesta a las observaciones de carácter técnico visibles a folios 72 a 81 del cuaderno administrativo, relacionadas con la patentabilidad o cumplimiento de los requisitos establecidos por esta Decisión, para la concesión de la patente.

CUARTO: Que el solicitante, mediante escrito radicado bajo el número 04-056825-00007-0000 del 15 de enero del 2008, atendió oportunamente el requerimiento formulado, presentando nuevos folios 110 a 113, con el texto de las reivindicaciones que reemplazan las originalmente presentadas, atendiendo de esta manera las observaciones efectuadas en el examen de fondo. El capítulo en mención se acepta, como quiera que se ajusta a las prescripciones contenidas en el artículo 34 de la Decisión 486.

QUINTO: Que en virtud de lo dispuesto en el artículo 14 de la Decisión 486 expedida por la Comisión de La Comunidad Andina se otorgarán patentes "...para las invenciones, sean de producto o de procedimiento, en todos los campos de la tecnología, siempre que sean nuevas, tengan nivel inventivo y sean susceptibles de aplicación industrial".

SEXTO: Que en el presente caso cumplen los requisitos indicados en el numeral anterior las

**REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO**

RESOLUCION 5655

Por la cual se otorga una patente de invención

CERTIFICADO 16

Rad. PCT/ 04-56825

reivindicaciones 1 a 17 contenidas en los folios 110 a 113, razón por la cual este Despacho encuentra procedente conceder para las mismas el privilegio solicitado.

RESUELVE:

ARTICULO PRIMERO: Otorgar el privilegio de patente de invención a la solicitud que entró en fase nacional en virtud del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), para la creación denominada:

**" PROCESO PARA EL TRATAMIENTO DE UN MEDIO ACUOSO QUE CONTIENE
CICLOHEXANONA OXIMA Y CICLOHEXANONA "**

Clasificación IPC: C 07 C 249/08.

Reivindicación(es): 1 a 17 **Folio(s):** 110 a 113.

Titular(es): DSM IP ASSETS B.V.

Domicilio(s): Heerlen, Holanda.

Inventor(es): Arno Benneker, Henk Oevering y Johannes Antonius Leonardus Brouwers.

Solicitud Internacional N°: PCT/NL 01/00884 **Fecha:** 04 de diciembre del 2001.

Vigente desde: 04 de diciembre del 2001 **Hasta:** 04 de diciembre del 2021

ARTICULO SEGUNDO: El titular tendrá los derechos y las obligaciones establecidos en la

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

RESOLUCION. 5655

Por la cual se otorga una patente de invención

CERTIFICADO 16

Rad. PCT/ 04-56825

Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina y demás disposiciones legales vigentes sobre propiedad industrial, precisando que para mantener vigente la patente se deberá cancelar la tasa anual de mantenimiento conforme lo dispone el artículo 80 de la referida norma comunitaria.

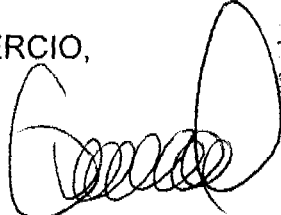
ARTICULO TERCERO: Entregar al titular copia auténtica de esta resolución y el certificado de patente, previas las anotaciones en los libros de registro.

ARTICULO CUARTO: Notificar el contenido de la presente resolución a la doctora Jimena Escobar Uribe, o a quien haga sus veces, en su calidad de apoderada de DSM IP Assets B.V., entregándole copia de la misma, advirtiéndole que contra ella procede el recurso de reposición ante el Superintendente de Industria y Comercio, del cual podrá hacer uso al momento de la notificación personal o dentro de los 5 días hábiles siguientes a ella.

NOTIFÍQUESE Y CUMPLASE

Dada en Bogotá, D.C., a los 26 FEB 2004

EL SUPERINTENDENTE DE INDUSTRIA Y COMERCIO,



GUSTAVO VALBUENA QUIÑONES

Doctora
JIMENA ESCOBAR URIBE
Carrera 11 A N° 94 – 76, Of. 305.
Bogotá D.C.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

SECRETARIA GENERAL

10 4 MAR 2008

La presente constituye el documento de
resolución emitido por el señor/a

JIMENA ESCOBAR URIBE

(Artículo 48 C.C.A.)