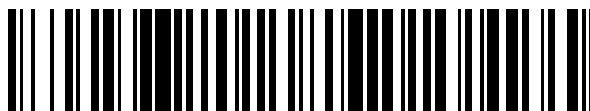


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 531 049**

51 Int. Cl.:

A01N 25/22 (2006.01)

A01N 35/02 (2006.01)

C02F 1/50 (2006.01)

C07C 41/58 (2006.01)

C07C 43/303 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.09.2011 E 11794659 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.11.2014 EP 2618660**

54 Título: **Preparado estabilizado de 3,3-dialcoxi-1-propeno**

30 Prioridad:

21.09.2010 DE 102010037691

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

10.03.2015

73 Titular/es:

**BLUM, HOLGER (100.0%)
Hechtstrasse 8b
9053 Teufen, CH**

72 Inventor/es:

BLUM, HOLGER

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Carlos

ES 2 531 049 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Preparado estabilizado de 3,3-dialcoxi-1-propeno

5 La presente invención se refiere a un preparado estabilizado de 3,3-dialcoxi-1-propeno.

10 El 3,3-dialcoxi-1-propeno se utiliza en muchas aplicaciones diferentes para eliminar los organismos no deseados en todo tipo de aguas. Por ejemplo, el documento US-A-3.690.857 da a conocer el hecho de que se puede combatir la proliferación excesiva de plantas acuáticas en aguas y canales, sin poner en peligro la población de peces, incorporando al agua dosis de 3,3-dialcoxi-1-propeno. Este método se utiliza para controlar un amplio espectro de organismos presentes en los medios acuosos, entre los que se incluyen plantas acuáticas, animales acuáticos, algas, hongos, bacterias y similares. Los medios acuosos pueden causar problemas en canales y lagos, así como en los sistemas de riego.

15 Además, por el documento US-A-5.183.944 se conoce el hecho de que los medios acuosos, por ejemplo en sistemas de circulación, pueden tratarse con acroleína haciendo reaccionar un acetal de acroleína con un ácido, tal como ácido sulfúrico, extrayendo de la solución de desacetilización la acroleína gaseosa resultante mediante un gas inerte e introduciéndola en forma de gas en el medio acuoso a tratar, a fin de eliminar los organismos presentes en el medio acuoso.

20 En todas estas aplicaciones supone un problema el hecho de que el compuesto 3,3-dialcoxi-1-propeno, como material de partida, debe almacenarse y, por ello, puede entrar en contacto con la humedad.

25 Los compuestos de 3,3-dialcoxi-1-propeno son líquidos claros inflamables no tóxicos, con un olor característico no desagradable, que han adquirido importancia en parte como aditivos alimentarios. Sin embargo, si el 3,3-dialcoxi-1-propeno se pone en contacto con superficies contaminadas de humedad, se descompone formando la sustancia tóxica acroleína, que corresponde al número CAS 107-02-8. Además, la acroleína presenta propiedades muy irritantes de los ojos. Dado que, como es sabido, todos los equipos técnicos que se utilizan cerca de aguas para trasegar, almacenar o dosificar líquidos, al cabo de un período de funcionamiento en el área mojada se ven más o menos contaminados por la humedad, la aplicación práctica de los compuestos de fórmula I se ve bloqueada por los excesivos esfuerzos que deben realizarse para garantizar la seguridad del personal.

35 La aparición de acroleína libre va acompañada de una reacción de decoloración asociada con una disminución del contenido de ingrediente activo. Los experimentos han demostrado que la velocidad a la que los compuestos de fórmula I que entran en contacto con superficies contaminadas de humedad liberan acroleína aumenta en el orden: agua dulce, agua salobre, agua de mar.

40 Un objetivo de la presente invención consiste en dar a conocer el ingrediente activo 3,3-dialcoxi-1-propeno en forma de preparado que se resiste a la liberación de acroleína durante el almacenamiento/trasiego/transporte.

Este objetivo se alcanza mediante el preparado líquido estabilizado de 3,3-dialcoxi-1-propeno, según la reivindicación 1.

45 Dicho preparado líquido estabilizado de 3,3-dialcoxi-1-propeno se estabiliza de tal modo que puede aplicarse mediante un equipo contaminado de humedad, compuesto por tanques de almacenamiento, conductos, grifos y bomba dosificadora, sin que se libere acroleína significativamente. Dado que el preparado se resiste a la liberación de acroleína en equipos contaminados de humedad, también se contrarresta la reacción de decoloración asociada con una disminución del contenido de ingrediente activo.

50 Los compuestos de fórmula II son líquidos no tóxicos con un olor débil, parcialmente agradable, que pueden mezclarse homogéneamente con los compuestos de fórmula I en cualquier proporción.

55 Resulta ventajoso el hecho de que la aplicación de los compuestos de fórmula II como componentes del preparado no ponga en peligro la población de peces en las aguas y canales.

Según una realización ventajosa de la presente invención, el preparado estabilizado de 3,3-dialcoxi-1-propeno se caracteriza porque R1 es igual a H y/o porque R2 es igual a C1 o C2. El bajo peso molecular de estos preparados comporta, ventajosamente, una reducción de la cantidad de compuesto de fórmula II necesaria para la estabilización.

60 Según una realización ventajosa de la presente invención el preparado estabilizado de 3,3-dialcoxi-1-propeno se caracteriza porque la proporción molar del compuesto de fórmula II en el preparado está comprendida aproximadamente entre el 0,5% y el 5% en moles.

65 A continuación, la presente invención se explica mediante los siguientes ejemplos:

EJEMPLO 1

5 a) La producción de un PREPARADO A líquido, se mezcló, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dimetoxi-1-propeno, con el número CAS 6044-68-4, con el estabilizador según la presente invención, el compuesto 1,1,1-trimetoxi-metano, con el número CAS 149-73-5, de modo que la mezcla final contenía el 98% en moles de ingrediente activo y el 2% en moles de estabilizador. Así, 100 gramos de preparado A contienen 2,1 gramos de estabilizador.

10 b) A continuación, el PREPARADO obtenido de este modo se sometió a ensayo para determinar si se formaba acroleína libre durante el almacenamiento en un aparato contaminado de humedad.

15 El aparato de ensayo consiste en un conector doble de tubo de 1 pulgada según DIN 2982, de acero inoxidable AISI 316, con un diámetro interior de 25,7 mm y una longitud de tubo de 220 mm. El tubo se cierra por ambos extremos con sendas caperuzas hexagonales de 1 pulgada de tipo DIN 2991, utilizando cinta de teflón, después de llenarlo con 0,15 ml de agua de mar filtrada procedente del puerto situado al sur de la isla alemana de Helgoland, en el Mar del Norte. El aparato de ensayo preparado de este modo se mantuvo en posición horizontal durante 3 semanas a 18 grados centígrados, a fin de que la humedad se pudiera distribuir completamente sobre la superficie interior de acero inoxidable del tubo.

20 Tras esta fase de preparación, se abrió una de las dos caperuzas hexagonales y se introdujeron en el tubo 100 ml del PREPARADO descrito en el punto a), y a continuación se volvió a colocar la caperuza hexagonal para tubos utilizando cinta de teflón. El aparato de ensayo húmedo cerrado de este modo y lleno de PREPARADO se mantuvo durante otras 3 semanas a una temperatura de 18 grados.

25 Tras esta fase de acondicionamiento, el aparato de ensayo se abrió y se vertió aproximadamente una porción de 1 ml del contenido de líquido del tubo en una placa de Petri para su análisis.

La evaluación de la muestra se llevó a cabo por olfatometría según la siguiente escala de calificación:

30 Grado 0 (no se percibe ningún olor a acroleína, olor de la muestra análogo al del preparado original)

Grado 1 (olor perceptible a acroleína, irritación de ojos moderada)

35 Grado 2 (fuerte olor a acroleína, irritación de ojos muy intensa)

EJEMPLO 2

40 La producción de un PREPARADO B líquido, se mezcló, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dimetoxi-1-propeno, con el número CAS 6044-68-4, con el estabilizador según la presente invención, el compuesto 1,1,1-trimetoxi-metano, con el número CAS 149-73-5, de modo que la mezcla final contenía el 95% en moles de ingrediente activo y el 5% en moles de estabilizador. Así, 100 gramos de preparado B contienen 5,2 gramos de estabilizador.

45 Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1, punto b).

EJEMPLO 3

50 La producción de un PREPARADO C líquido, se mezcló, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dietoxi-1-propeno, con el número CAS 3054-95-3, con el estabilizador según la presente invención, el compuesto 1,1,1-trietoxi-metano, con el número CAS 122-51-0, de modo que la mezcla final contenía el 98% en moles de ingrediente activo y el 2% en moles de estabilizador. Así, 100 gramos de preparado C contienen 2,3 gramos de estabilizador.

Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1, punto b).

55 EJEMPLO 4

60 La producción de un PREPARADO D líquido, se mezcló, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dietoxi-1-propeno, con el número CAS 3054-95-3, con el estabilizador según la presente invención, el compuesto 1,1,1-trietoxi-metano, con el número CAS 122-51-0, de modo que la mezcla final contenía el 95% en moles de ingrediente activo y el 5% en moles de estabilizador. Así, 100 gramos de preparado D contienen 5,7 gramos de estabilizador.

Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1, punto b).

EJEMPLO 5

5 La producción de un PREPARADO E líquido, se mezcló, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dietoxi-1-propeno, con el número CAS 3054-95-3 con el estabilizador según la presente invención, el compuesto 1,1,1-trietoxi-etano, con el número CAS 78-39-7, de modo que la mezcla final contenía el 95% en moles de ingrediente activo y el 5% en moles de estabilizador. Así, 100 gramos de preparado E contienen 6,2 gramos de estabilizador.

Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1, punto b).

10 EJEMPLO 6

15 La producción de un PREPARADO F líquido, se mezcló, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dietoxi-1-propeno, con el número CAS 3054-95-3, con el estabilizador según la presente invención, el compuesto 1,1,1,1-tetraetoxi-metano, con el número CAS 78-09-1, de modo que la mezcla final contenía el 98% en moles de ingrediente activo y el 2% en moles de estabilizador. Así, 100 gramos de preparado F contienen 2,9 gramos de estabilizador.

Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1, punto b).

20 EJEMPLO 7

25 La producción de un PREPARADO G líquido, se mezcló, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dimetoxi-1-propeno, con el número CAS 6044-68-4, con el estabilizador según la presente invención, el compuesto 1,1,1,1-tetrametoxi-metano, con el número CAS 1850-14-2, de modo que la mezcla final contenía el 98% en moles de ingrediente activo y el 2% en moles de estabilizador. Así, 100 gramos de preparado G contienen 2,1 gramos de estabilizador.

Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1, punto b).

30 EJEMPLO 8

35 La producción de un PREPARADO H líquido, se mezcló, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dietoxi-1-propeno, con el número CAS 3054-95-3, con el estabilizador según la presente invención, el compuesto 1,1,1,1-tetraetoxi-silano, con el número CAS 78-10-4, de modo que la mezcla final contenía el 98% en moles de ingrediente activo y el 2% en moles de estabilizador. Así, 100 gramos de preparado H contienen 3,2 gramos de estabilizador.

Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1, punto b).

40 EJEMPLO COMPARATIVO 1

La producción de un PREPARADO J líquido se utilizó, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dimetoxi-1-propeno, con el número CAS 6044-68-4, como único componente.

45 Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1 punto b).

EJEMPLO COMPARATIVO 2

50 La producción de un PREPARADO K líquido se utilizó, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dietoxi-1-propeno, con el número CAS 3054-95-3 como único componente.

Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1 punto b).

EJEMPLO COMPARATIVO 3

55 La producción de un PREPARADO L líquido, se mezcló, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dimetoxi-1-propeno, de número CAS 6044-68-4, con el compuesto 2,2-dimetoxi-propano, con el número CAS 77-76-9, de modo que la mezcla final contenía el 95% en moles de ingrediente activo y el 5% en moles de 2,2-dimetoxi-propano. Así, 100 gramos de preparado L contienen 5,1 gramos de 2,2-dimetoxi-propano.

60 Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1 punto b).

EJEMPLO COMPARATIVO 4

65 La producción de un PREPARADO M líquido, se mezcló, como ingrediente activo, el compuesto 3,3-dietoxi-1-propeno, de número CAS 3054-95-3, con el compuesto 2,2-dietoxi-propano, con el número CAS 126-84-1, de modo

que la mezcla final contenía el 95% en moles de ingrediente activo y el 5% en moles de 2,2-dietoxi-propano. Así, 100 gramos de preparado M contienen 5,1 gramos de 2,2-dietoxi-propano.

Este preparado se sometió al mismo procedimiento de ensayo que se ha descrito en el ejemplo 1, punto b).

5

Los resultados se muestran en la siguiente tabla 1.

TABLA 1

Ejemplo	Preparado	Grado de calificación	Color	Contenido relativo de ingrediente activo %*
1	A	0	claro	>99
2	B	0	claro	98
3	C	0	claro	N. A.
4	D	0	claro	>99
5	E	0	claro	N. A.
6	F	0	claro	N. A.
7	G	0	claro	>99
8	H	0	claro	>99
Ejemplo comparativo				
1	J	2	decolorado	78
2	K	2	decolorado	72
3	L	2	decolorado	68
4	M	1	decolorado	73

* Contenido determinado por comparación con un preparado recién preparado.

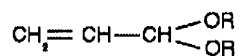
10 Como puede observarse en la tabla 1, tan sólo los preparados A a H, que se prepararon según la presente invención, utilizando compuestos de fórmula II, estaban suficientemente protegidas contra la liberación de acroleína durante el almacenamiento/trasiego/transporte en equipos contaminados de humedad.

15 Por otro lado, las muestras comparativas J a K, además de la aparición de acroleína libre, presentan una decoloración que va acompañada de una reducción del contenido de ingrediente activo, tal como se observa en la última columna de la tabla 1.

REIVINDICACIONES

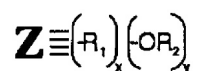
1. Preparado estabilizado de 3,3-dialcoxi-1-propeno, que comprende un compuesto de fórmula I

5



en el que R = resto hidrocarbonado C1-C6, caracterizado porque el preparado comprende, adicionalmente, un compuesto de fórmula II

10



en el que Z = C (carbono) o Si (silicio); R1 = H o resto hidrocarbonado C1-C3; R2 = resto hidrocarbonado C1-C3; x = 0 o 1, x + y = 4.

15

2. Preparado estabilizado de 3,3-dialcoxi-1-propeno, según la reivindicación 1, caracterizado porque R1 es igual a H.

3. Preparado estabilizado de 3,3-dialcoxi-1-propeno, según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque R2 es igual a C1 o C2.

20

4. Preparado, según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la proporción molar del compuesto de fórmula II en el preparado está comprendida aproximadamente entre el 0,5% y el 5% en moles.