

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 808 800**

51 Int. Cl.:

**C09D 175/04** (2006.01)

**C07F 7/18** (2006.01)

**C09D 5/16** (2006.01)

**C09D 183/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.12.2016** **E 16206306 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.06.2020** **EP 3339387**

54 Título: **Compuestos a base de aductos con isocianatos para composiciones de revestimiento**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**01.03.2021**

73 Titular/es:

**EVONIK OPERATIONS GMBH (100.0%)**  
**Rellinghauser Straße 1-11**  
**45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**HALLACK, MARKUS y**  
**SCHIEMANN, YVONNE**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 808 800 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

Compuestos a base de aductos con isocianatos para composiciones de revestimiento

Objeto de la presente invención son compuestos a base de aductos con isocianatos. La presente invención se refiere, además, a un procedimiento para su preparación, a composiciones que contienen estos compuestos, así como a su uso como o para la producción de revestimientos.

Los revestimientos de barcos se utilizan como pintura de cubrición sobre cascos de barcos u otras estructuras subacuáticas, con el fin de impedir la colonización y el crecimiento de organismos marinos, tales como, por ejemplo, bálanos o algas, la denominada bioincrustación. Como estructuras subacuáticas se denominan en el sentido de la presente invención fondos de barcos o bien cascos de barcos, componentes por encima y por debajo de la línea de flotación de vehículos acuáticos, orillas firmes, redes, instalaciones portuarias, instalaciones eólicas, boyas, oleoductos, puentes, redes de acuicultura, instalaciones en relación con submarinos, instalaciones en alta mar, tales como p. ej., islas de perforación, conductos, rompeolas o anclas de barcos.

Esta cubrición o bien la bioincrustación representa para la industria marina y la navegación desde siempre un considerable factor perturbador. El desarrollo orgánico se compone, ante todo, de bálanos, hongos, caracoles, algas y demás organismos minúsculos, representando las algas el material de soporte para la macro-incrustación.

Como todos los objetos presentes en el agua marina, un casco de barco o un tornillo del barco puede ser cubierto en el espacio de unos pocos meses por completo con los denominados bio-incrustadores. La resistencia al agua de un casco cubierto por completo aumenta en este caso de manera inmensa y con el mismo un aumento de los costes de combustible de hasta un 40%, de lo cual resultan acusadas influencias económicas al igual que ecológicas. Adicionalmente, puede perjudicarse la capacidad de control, lo cual representa un enorme riesgo de seguridad, así como conducir a deterioros en el casco del barco.

Para el mantenimiento de la protección frente a la cubrición en el caso de buques de altura se establecen hoy en día toda una serie de diferentes requisitos a los revestimientos de los barcos. Por una parte, deben ser económicos, por otra parte, deben presentar una vida útil lo más larga posible. Adicionalmente, se requiere una eficacia elevada y continua frente a todos los potenciales organismos de cubrición posibles, una escasa aspereza de la superficie, una elevada capacidad de resistencia frente a solicitaciones mecánicas y químicas y un intervalo de ataque favorable.

Los intervalos de ataque de buques de altura no vienen predeterminados, no obstante, por la cubrición que aparece de los cascos de los barcos, sino que son determinados por las sociedades de clasificación o bien por premisas de las leyes de navegación. El intervalo de ataque medio de la flota mercantil mundial se encuentra actualmente en poco menos de 30 meses. Según las prescripciones de las sociedades de clasificación, los barcos estándares se han de presentar en el ataque después de un período de funcionamiento de 2,5 años, con el fin de que pueda examinarse en el marco de una inspección intermedia de los bajos del barco. Después de otros 2,5 años de funcionamiento, se presenta la renovación de la clase, lo cual hace obligatorio de nuevo un ataque. Todos los buques de pasajeros deben cumplir, además de ello, las prescripciones vigentes. Se han inspeccionar anualmente en el ataque. Un número creciente de buques está equipado de manera que la inspección intermedia puede llevarse a cabo también en estado flotante (In Water Survey, IWS). Mediante un IWS se ahorra un ataque por cada periodo de clase (5 años). Dado que un barco IWS permanece, por consiguiente, 60 meses en el agua, debe tenerse en cuenta la elección del sistema de protección frente a la corrosión y de las anti-incrustaciones.

Desde 2003 está prohibido en la UE el uso de compuestos de organoestaño en las pinturas para barcos, de modo que la pintura más ampliamente difundida hasta entonces a base de tributilestaño (TBT) no pudo continuar utilizándose. Hasta 2008 debieron suprimirse, además de ello, todas las existencias antiguas de TBT en los cascos de los barcos. El TBT había caído en descrédito, ante todo en virtud de su propiedad similar a las hormonas, la cual había producido, p. ej., en el mar del Norte, entre otros en el caso del buccinum común una elevada proporción de individuos incapaces de reproducirse. En principio, se puede reconocer que pinturas protectoras químicamente eficaces que se basan en la liberación controlada de sustancias biocidas, tales como, p. ej., TBT, cobre o sustancias activas orgánicas, son reemplazadas de forma creciente por nuevos enfoques de investigación. Dado que el riesgo de consecuencias o bien daños a largo plazo de métodos de protección químicos contra el crecimiento solo pudo ser estimado con dificultad en el pasado, hoy en día se pretende el desarrollo de técnicas de anti-incrustaciones ecológicamente compatibles, las denominadas anti-incrustaciones "no tóxicas".

En virtud de la directriz biocida de la UE de 1998, todas las sustancias activas hasta ahora utilizadas y asimismo todas las que se han añadido recientemente deben ser examinadas. El objetivo es prohibir todos aquellos productos químicos que sean cancerígenos, que modifiquen el material hereditario, que perjudiquen la fecundidad, así como sean persistentes y que se acumulen en las cadenas alimenticias. Solo cuando no exista alternativa, se admiten a

5 pesar de ello de manera transitoria determinados biocidas. Estos son aceptados por la UE después de una evaluación positiva en el anexo I/IA de la directriz y pueden ser utilizados. En el caso de una evaluación negativa, las sustancias activas son publicadas en una lista de las sustancias activas no aceptadas y deben ser retiradas del mercado en el espacio de 12 meses. En la lista de las sustancias activas ya no admitidas para las anti-incrustaciones se encuentran actualmente aprox. 35 sustancias, entre ellas formaldehido, Captan CAS N° de Reg. [133-06-2] y la Diurona CAS N° de Reg. [330-54-1] anteriormente utilizada muy frecuentemente. Actualmente se lleva a cabo la evaluación de otras sustancias antiguas.

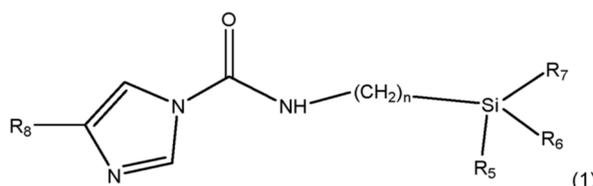
10 El documento DE 102009014685 A1 describe el uso de sustancias de revestimiento exentas de disolventes y resistentes a la luz a base de un participante en la reacción con grupos amino y/o hidroxilo funcionales, el cual puede ser reticulado con isocianatos que muestran un efecto antimicrobiano, basados en iones de metales, en particular cationes de plata.

15 El documento WO 2015/011177A1 da a conocer una composición de revestimiento que contiene medetomidina, pero medetomidina se utiliza en forma suspendida en la composición de revestimiento, disminuyendo de forma creciente la concentración de la medetomidina en el revestimiento, dado que la medetomidina es, de manera conocida, hidrosoluble y no está unida de forma covalente en la composición.

El documento US 6.441.213 B1 describe inductores de adherencia para las aplicaciones en el sector electrónico. En este caso, se emplean isocianatoalquilalcoxisilanos, describiéndose la reacción exclusivamente con compuestos con contenido en grupos hidroxilo.

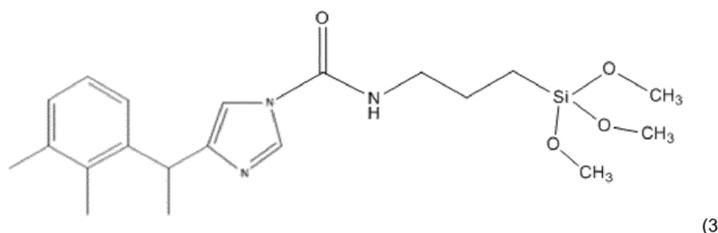
20 La publicación "Synthesis and properties of imidazoleblocked toluene diisocyanates" Nasar A. Sultan et al., Journal of Macromolecular Science, Parte A – Pure and applied Chemis, Marcel Dekker Inc. US, tomo 34, N° 7. 101.01.1997, páginas 1237-1247 da a conocer compuestos que se prepararon mediante la adición de imidazol e isocianatos.

25 El problema en el que se fundamenta la invención consiste en proporcionar nuevos compuestos para revestimientos de barcos, cuya aplicación contrarreste los efectos mencionados, tales como, p. ej., la acumulación de organismos marinos en cascos de barcos u otras estructuras subacuáticas. Además, una misión en la que se fundamenta la presente invención consistía en desarrollar un agente eficaz y conforme a los criterios biocidas legales, tales como, p. ej., la directriz biocida de la UE de 1998. En particular, una misión de la presente invención es proporcionar compuestos para composiciones de revestimiento que no presenten las sustancias ya no admitidas por ley, tales como, p. ej. derivados de trialquil-estaño. Este problema se resuelve mediante un compuesto de la fórmula (1):



30 en donde  $n = 1 - 8$ ,  
 $R_5$ ,  $R_6$ ,  $R_7$ , independientemente uno de otro, se eligen del grupo de radical alcoxi C1-C3,  
 $R_8$  se elige del grupo de radical alquilo, aralquilo, heteroaralquilo.

De manera particularmente preferida, el compuesto de acuerdo con la invención presenta la estructura de la siguiente fórmula (2):



35 Con otro objeto de la presente invención se encuentra un procedimiento para la preparación del compuesto (1) de acuerdo con la invención.

También un objeto de la presente invención es el uso del compuesto (1) de acuerdo con la invención en composiciones para el revestimiento en estructuras subacuáticas para la protección frente a la colonización y/o el crecimiento de organismos marinos.

5 Otro objeto de la presente invención es un procedimiento para aplicar la composición de acuerdo con la invención, en el que la reacción para dar un compuesto (1) de acuerdo con la invención tiene lugar de manera que un compuesto con contenido en al menos un grupo isocianato, tal como se define más adelante, y al menos un compuesto farmacológicamente activo que presenta al menos un grupo amino, tal como se define más adelante, se pone en contacto mediante la aplicación sobre el sustrato a revestir. Por el sustrato a revestir se entienden preferiblemente las estructuras subacuáticas mencionadas al comienzo.

10 Otro objeto de la presente invención son composiciones que presentan el compuesto (1) de acuerdo con la invención.

La composición de acuerdo con la invención se distingue preferiblemente porque presenta el compuesto de la fórmula (2). Es ventajoso en el sentido de la presente invención que la composición descrita en esta memoria presente un inductor de la adherencia, preferiblemente elegido del grupo de los aminosilanos, de los aminoalquilsilanos o de las aminas alcoxilalquil-sustituidas de la fórmula (6):

15 
$$A_mSiY_n \quad (6),$$

en donde A representa un grupo aminoalquilo sustituido o no sustituido, un grupo diaminodialquilo sustituido o no sustituido y un grupo triaminodialquilo sustituido o no sustituido, los grupos Y son iguales o diferentes, representando Y OH, ONa, OK, OR', OCOR', OSiR'<sub>3</sub>, Cl, Br, I o NR'<sub>2</sub>, m es igual a 1 o 2 y n es igual a 1, 2 o 3, con la condición de que m+n = 4, en donde los grupos R', independientemente, son hidrógeno, grupos alquilo, cicloalquilo, alquenoilo, cicloalquenoilo, alquinoilo, cicloalquinoilo, arilo o heteroarilo lineales o ramificados, presentan en cada caso 1 a 18 átomos de C y pueden estar en cada caso eventualmente sustituidos.

Preferiblemente, m es igual a 1 y n es igual a 3. Adicionalmente, se prefiere que Y se elija de OH u OR', siendo OR' particularmente preferido. En este caso, R' se elige particularmente de grupos metilo o etilo, siendo particularmente preferidos grupos metilo.

25 Aminosilanos, aminoalquilsilanos o aminas alcoxilalquil-sustituidas de este tipo son, por ejemplo, pero no exclusivamente, 3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropiltrióxosilano, 2-aminoetil-3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropil(dietoximetoxisilano), 3-aminopropil(tripropoxisilano), 3-aminopropil(dipropoximetoxisilano), 3-aminopropil(tridodecanoxisilano), 3-aminopropil(tritetradecanoxisilano), 3-aminopropil(trihexadecanoxisilano), 3-aminopropil(trioctadecanoxisilano), 3-aminopropil(didodecanoxi)tetradecanoxisilano, 3-aminopropil(dodecanoxi)-tetradecanoxi(hexadecanoxi)silano, 3-aminopropil(dimetoximetilsilano), 3-aminopropil(metoxidimetilsilano), 3-aminopropil(hidroxidimetilsilano), 3-aminopropil(dietoximetilsilano), 3-aminopropil(etoxidimetilsilano), 3-aminopropil(dipropoximetilsilano), 3-aminopropil(propoxidimetilsilano), 3-aminopropil(diisopropoximetilsilano), 3-aminopropil(isopropoxidimetilsilano), 3-aminopropil(dibutoximetilsilano), 3-aminopropil(butoxidimetilsilano), 3-aminopropil(diisobutoximetilsilano), 3-aminopropil(isobutoxidimetilsilano), 3-aminopropil(didodecanoximetilsilano), 3-aminopropil(dodecanoxidimetilsilano), 3-aminopropil(ditetradecanoximetilsilano), 3-aminopropil(tetradecanoxidimetilsilano), 2-aminoetil(trimetoxisilano), 2-aminoetil(trietoxisilano), 2-aminoetil(dietoximetoxisilano), 2-aminoetil(tripropoxisilano), 2-aminoetil(dipropoximetoxisilano), 2-aminoetil(tridodecanoxisilano), 2-aminoetil(tritetradecanoxisilano), 2-aminoetil(trihexadecanoxisilano), 2-aminoetil(trioctadecanoxisilano), 2-aminoetil(didodecanoxi)tetradecanoxisilano, 2-aminoetil(dodecanoxi)tetradecanoxi(hexadecanoxi)silano, 2-aminoetil(dimetoximetilsilano), 2-aminoetil(metoxidimetilsilano), 2-aminoetil(dietoximetilsilano), 2-aminoetil(etoxidimetilsilano), 1-aminometil(trimetoxisilano), 1-aminometil(trietoxisilano), 1-aminometil(dietoximetoxisilano), 1-aminometil(dipropoximetoxisilano), 1-aminometil(tripropoxisilano), 1-aminometil(trimetoxisilano), 1-aminometil(dimetoximetilsilano), 1-aminometil(metoxidimetilsilano), 1-aminometil(dietoximetilsilano), 1-aminometil(etoxidimetilsilano), 3-aminobutil(trimetoxisilano), 3-aminobutil(trietoxisilano), 3-aminobutil(dietoximetoxisilano), 3-aminobutil(tripropoxisilano), 3-aminobutil(dipropoximetoxisilano), 3-aminobutil(dimetoximetilsilano), 3-aminobutil(dietoximetilsilano), 3-aminobutil(dimetoximetoxisilano), 3-aminobutil(dimetiletoxisilano), 3-aminobutil(tridodecanoxisilano), 3-aminobutil(tritetradecanoxisilano), 3-aminobutil(trihexadecanoxisilano), 3-aminobutil(didodecanoxi)tetradecanoxisilano, 3-aminobutil(dodecanoxi)tetradecanoxi(hexadecanoxi)silano, 3-amino-2-metilpropil(trimetoxisilano), 3-amino-2-metil-propil(trietoxisilano), 3-amino-2-metilpropil(dietoximetoxisilano), 3-amino-2-metil-propil(tripropoxisilano), 3-amino-2-metilpropil(dipropoximetoxisilano), 3-amino-2-metilpropil(tridodecanoxisilano), 3-amino-2-metilpropil(tritetradecanoxisilano), 3-amino-2-metilpropil(trihexadecanoxisilano), 3-amino-2-metilpropil(trioctadecanoxisilano), 3-amino-2-metilpropil(didodecanoxi)tetradecanoxisilano, 3-amino-2-metil-propil(dodecanoxi)tetradecanoxi(hexadecanoxi)silano, 3-amino-2-metilpropil(dimetoximetilsilano), 3-amino-2-metil-propil(metoxidimetilsilano), 3-mercapto-2-metil-

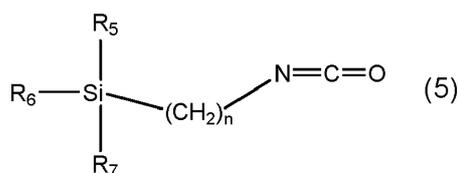
propil(dietoximetilsilano), 3-mercapto-2-metil-propil(etoxidimetilsilano), 3-mercapto-2-metil-propil(dipropoximetilsilano), 3-amino-2-metil-propil(propoxidimetilsilano), 3-amino-2-metil-propil(diiisopropoximetilsilano), 3-amino-2-metil-propil(isopropoxidimetilsilano), 3-amino-2-metil-propil(dibutoximetilsilano), 3-amino-2-metil-propil(butoxidimetilsilano), 3-amino-2-metil-propil(disiobutoximetilsilano), 3-amino-2-metilpropil(isobutoxidimetilsilano), 3-amino-2-metil-propil(didodecanoximetilsilano), 3-amino-2-metil-propil(dodecanoxi-dimetilsilano), 3-amino-2-metil-propil(ditetradecanoximetilsilano) o 3-amino-2-metil-propil(tetradecanoxidimetil-silano), propiltrimetoxisilano triamino-funcional, bis(3-trimetoxisililpropil)-amina, bis(3-trietoxisililpropil)-amina, hidrocloreto de N-bencil-N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, hidroacetato de N-bencil-N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, N-(n-butil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropilmetildietoxisilano, N-vinilbencil-N-(2-aminoetil)-3-aminopropilpolisiloxano y N-(2-aminoetil)-3-aminopropilmetildimetoxisilano.

Aminosilanos, aminoalquilsilanos o aminas alcoxisililalquil-sustituidas preferidos son compuestos de aminosilano sustituidos o no sustituidos, en particular 3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropiltriethoxisilano, 3-aminopropilmetildietoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, 2-aminopropil-3-aminopropiltrimetoxisilano, 2-aminopropil-3-aminopropiltriethoxisilano, 2-aminoetil-2-aminoetil-3-aminopropiltrimetoxisilano y N-(n-butil)-3-aminopropiltrimetoxisilano. De manera particularmente preferida, como aminosilanos de la fórmula (6) se emplean 3-aminopropiltrimetoxisilano (DYNASYLAN® AMMO), 3-aminopropiltriethoxisilano (DYNASYLAN® AMEO), 3-aminopropilmetildietoxisilano (DYNASYLAN® 1505), N-(n-butil)-3-aminopropiltrimetoxisilano (DYNASYLAN® 1189) y N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano (DYNASYLAN® DAMO), (H<sub>3</sub>CO)<sub>3</sub>Si(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>(bis-AMMO), (H<sub>5</sub>C<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub> (bis-AMEO), (H<sub>3</sub>CO)<sub>3</sub>Si(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (Bis-DAMO), en cada caso de la razón social Evonik Industries AG.

La presente invención se dirige también a un procedimiento para la preparación del compuesto (1) de acuerdo con la invención, que comprende las siguientes etapas:

- a) proporcionar al menos un compuesto con contenido en un grupo isocianato de la fórmula R-N=C=O (4), en donde R se elige del grupo que comprende radical alifático, aromático, cicloalifático, heterocíclico sustituido o no sustituido y radical alcoxisililalquilo, preferiblemente radical alcoxisililalquilo,
- b) proporcionar al menos un compuesto seleccionado del grupo de compuestos farmacológicamente activos que contiene al menos un grupo amina;
- c) hacer reaccionar los compuestos mencionados en las etapas a) y b) en presencia de un catalizador.

Preferiblemente, el compuesto que contiene al menos un grupo isocianato, proporcionado en la etapa a), presenta una estructura de la siguiente fórmula (5):



en donde n = 1 – 8 y R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>7</sub>, independientemente uno de otro, se elige del grupo radical alcoxi C1-C3.

Compuestos de la fórmula (5) adecuados son, por ejemplo, isocianatoalquilalcoxisilanos, que se eligen particularmente del grupo que comprende 3-isocianatopropiltrimetoxisilano, 3-isocianatopropiltriethoxisilano, 3-isocianatopropiltriisopropoxisilano, 2-isocianatoetiltrimetoxisilano, 2-isocianatoetiltriethoxisilano, 2-isocianatoetiltriisopropoxisilano, 4-isocianatobutiltrimetoxisilano, 4-isocianatobutiltriethoxisilano, 4-isocianatobutiltriisopropoxisilano, isocianatometiltrimetoxisilano, isocianatometiltriethoxisilano y/o isocianatometiltriisopropoxisilano.

De manera particularmente preferida, se emplean 3-isocianatopropilalcoxisilanos, en particular 3-isocianatopropiltrimetoxisilano y/o 3-isocianatopropiltriethoxisilano como compuesto de la fórmula (5).

En el sentido de la presente invención a los compuestos farmacológicamente activos pertenecen, por ejemplo, productos biocidas para la higiene humana, agentes desinfectantes para el sector privado y el sector de la sanidad pública, así como otros productos biocidas, productos biocidas para la higiene en el sector veterinario, agentes desinfectantes para el sector de los alimentos y de los piensos, agentes desinfectantes del agua potable, agentes conservantes para productos enlatados, agentes protectores del revestimiento, agentes protectores de la madera,

5 agentes protectores para fibras, cuero, caucho vulcanizado y materiales polimerizados, agentes protectores para mampostería, agentes protectores para líquidos en sistemas de refrigeración y del procedimiento, agentes para combatir la mucosidad, agentes protectores para líquidos de tratamiento de metales, rodenticidas, avicidas, molusquicidas, agentes para combatir el pescado, insecticidas, acaricidas y productos contra otros artrópodos, repelentes y cebos, agentes protectores para alimentos y piensos, productos anti-incrustaciones, líquidos para el embalsamamiento y la taxidermia, productos contra demás vertebrados.

Preferiblemente, los compuestos farmacológicamente activos proporcionados en la etapa b), que contienen al menos un grupo amino, presentan una estructura heterocíclica, en particular una estructura heteroaromática.

10 Compuestos farmacológicamente activos, proporcionados en el procedimiento descrito en esta memoria en la etapa b), que contienen al menos un grupo amino, presentan una estructura de imidazol, en particular una estructura de imidazol sustituida con un radical aralquilo.

De manera particularmente preferida, los compuestos farmacológicamente activos proporcionados en la etapa b) se eligen de compuestos con los números de registro CAS 86347-14-0, 86347-15-1, 113775-47-6 y/o 106807-72-1.

15 Preferiblemente, en el procedimiento de acuerdo con la invención en la etapa c) la reacción se lleva a cabo bajo catálisis. Adecuados para la catálisis del procedimiento descrito en esta memoria son, p. ej., compuestos con contenido en estaño, se prefieren, por ejemplo, carboxilatos de dialquil-estaño. Particularmente preferidos son, p. ej., diacetato de di-n-butilestaño, dilaurato de di-n-butilestaño, maleato de di-n-butilestaño, bis-2-etilhexanoato de di-n-butilestaño, así como dineodecanoato de di-n-butilestaño, carboxilatos de dioctilestaño, tales como diacetato de di-n-octilestaño, dilaurato de di-n-octilestaño, maleato de di-n-octilestaño, bis-2-etilhexanoato de di-n-octilestaño o dineodecanoato de di-n-octilestaño. La cantidad de compuesto con contenido en estaño utilizado para la catálisis asciende a 0,001 a 0,1 % en peso, preferiblemente a 0,001 a 0,01 % en peso, referido a los eductos empleados en la etapa a) y en la etapa b).

25 Preferiblemente, en la etapa c) se hace reaccionar en cantidades equimolares el compuesto (4) que contiene al menos un grupo isocianato y el compuesto farmacológicamente activo. Ventajosamente, la reacción se lleva a cabo hasta un contenido residual de isocianato menor que 0,1 % en peso, referido a los eductos empleados en la etapa a) y la etapa b). La determinación del contenido en isocianato tiene lugar según la norma DIN EN/ISO 11909.

30 La reacción puede tener lugar libre de disolventes o con el uso de disolventes no próticos, pudiendo tener lugar la reacción de forma discontinua o continua. La reacción puede llevarse a cabo a la temperatura ambiente, es decir, a temperaturas en el intervalo de 20 – 25 °C, pero preferiblemente se utilizan temperaturas superiores en el intervalo de 30 – 150 °C, en particular en el intervalo de 50 – 150 °C. Por disolventes no próticos se entienden aquellos cuyas moléculas presentan una polaridad baja, por ejemplo, por la ausencia de grupos hidroxilo. Disolventes no próticos adecuados pertenecen al grupo de los carboxilatos de alquilenglicol-alquiléter, tales como, p. ej., acetatos de metoxipropilo. Es ventajoso llevar a cabo la reacción con agitación.

35 En una forma de realización preferida del procedimiento de acuerdo con la invención, el compuesto (1) de acuerdo con la invención o una de sus formas de realización o el producto de reacción del procedimiento previamente descrito en esta memoria para su preparación se obtiene en una composición. Para ello, el compuesto (1) de acuerdo con la invención o una de sus formas de realización o el producto de reacción del procedimiento previamente descrito en esta memoria para su preparación se mezcla adicionalmente con un inductor de la adherencia de la fórmula (6), tal como se describe previamente.

40 Preferiblemente en el procedimiento para la preparación de una composición se mezclan bajo catálisis el compuesto (1) de acuerdo con la invención o una de sus formas de realización o el producto de reacción del procedimiento previamente descrito en esta memoria para su preparación junto al inductor de la adherencia de la fórmula (6) previamente descrito.

45 Inductores de la adherencia preferidos se eligen de 3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropiltriethoxisilano, 3-aminopropilmetildietoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, 2-aminopropil-3-aminopropiltriethoxisilani, 2-aminopropil-3-aminopropiltrimetoxisilano, 2-aminoetil-2-aminoetil-3-aminopropiltriethoxisilano y N-(n-butyl)-3-aminopropiltrimetoxisilano. De manera particularmente preferida, como aminosilanos de la fórmula (6) se emplean 3-aminopropiltrimetoxisilano (DYNASYLAN® AMMO), 3-aminopropiltriethoxisilano (DYNASYLAN® AMEO), 3-aminopropilmetildietoxisilano (DYNASYLAN® 1505), N-(n-butyl)-3-aminopropiltrimetoxisilano (DYNASYLAN® 1189) y N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano (DYNASYLAN® DAMO), (H<sub>3</sub>CO)<sub>3</sub>Si(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (bis-AMMO), (H<sub>5</sub>C<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>Si(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub> (bis-AMEO), (H<sub>3</sub>CO)<sub>3</sub>Si(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (bis-DAMO), en cada caso de la razón social Evonik Industries AG.

Adecuados para la catálisis de esta forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención son, p. ej., compuestos con contenido en estaño, se prefieren, por ejemplo, carboxilatos de dialquil-estaño. Particularmente preferidos son, p. ej., diacetato de di-n-butilestaño, dilaurato de di-n-butilestaño, maleato de di-n-butilestaño, bis-2-etilhexanoato de di-n-butilestaño, así como dineodecanoato de di-n-butilestaño, carboxilatos de dioctilestaño, tales como diacetato de di-n-octilestaño, dilaurato de di-n-octilestaño, maleato de di-n-octilestaño, bis-2-etilhexanoato de di-n-octilestaño o dineodecanoato de di-n-octilestaño.

La cantidad de compuesto con contenido en estaño utilizada para la catálisis asciende a 0,001 hasta 0,5 % en peso, preferiblemente a 0,01 hasta 0,1 % en peso, referido a la cantidad de compuesto (1) de acuerdo con la invención o a una de sus formas de realización o al producto de reacción del procedimiento precedentemente descrito en esta memoria para su preparación y el inductor de la adherencia de la fórmula (6) utilizado, tal como se describe previamente.

Otro objeto de la presente invención es un procedimiento para la aplicación de la composición de acuerdo con la invención, en el que la reacción para dar un compuesto (1) de acuerdo con la invención tiene lugar de manera que un compuesto que contiene al menos un grupo isocianato de la fórmula  $R-N=C=O$  (4) y al menos un compuesto farmacológicamente activo que contiene al menos un grupo amino, tal como se define previamente, se ponen en contacto mediante la aplicación sobre el sustrato a revestir.

Otro objeto de la invención es el uso del compuesto (1) de acuerdo con la invención o una de sus formas de realización o el producto de reacción del procedimiento descrito precedentemente en esta memoria para su preparación como o para la producción de revestimientos, en particular revestimientos de estructuras subacuáticas, preferiblemente para la protección frente a la colonización y/o el crecimiento de organismos marinos.

En una forma de realización de este uso, la composición de acuerdo con la invención se aplica sobre las estructuras subacuáticas, teniendo lugar el endurecimiento y la configuración de un revestimiento preferiblemente a la temperatura ambiente, es decir, a temperaturas en el intervalo de 20 – 25 °C.

Los compuestos farmacológicamente activos recogidos bajo los números de registro CAS 86347-14-0, 86347-15-1, 113775-47-6 y/o 106807-72-1 arriba indicados, se dan a conocer junto a los nombres sistemáticos (RS)-4-[1-(2,3-dimetilfenil)etil]-1H-imidazol para el racemato bajo el nombre general medetomidina. Medetomidina es conocida por su uso en la medicina veterinaria y humana como sedante y analgésico.

El documento US 2007/0028825 A1 y el documento WO 2015011177 A1 dan a conocer el uso de medetomidina, tal como se ha descrito previamente, disuelta físicamente o en forma suspendida en una composición de revestimiento, por ejemplo, en una pintura y, en parte, también en mezclas con otras sustancias activas contra organismos marinos, con el fin de contrarrestar una colonización o bien una bio-incrustación.

Los autores de la invención han comprobado ahora, de manera sorprendente, que se conserva la actividad de medetomidina contra una colonización o bien la bio-incrustación en estructuras subacuáticas, aun cuando medetomidina, tal como se ha descrito precedentemente, se haga reaccionar en una reacción química bajo la formación de un enlace covalente con al menos un compuesto con contenido en un grupo isocianato de la fórmula  $R-N=C=O$  (4) para dar al menos un compuesto de aducto de la fórmula (1).

La reactividad de la reacción entre medetomidina tal como se describe previamente y el al menos un compuesto con contenido en al menos un grupo isocianato de la fórmula  $R-N=C=O$  (4) para dar un correspondiente compuesto de aducto de la fórmula (1) es lo suficientemente grande, de modo que también pueden realizarse sistemas de 2 componentes para el revestimiento de estructuras subacuáticas, tal como se da ya a conocer en algunas formas de realización de la presente invención.

La ventaja evidente frente al estado de la técnica, tal como se da a conocer, p. ej., en el documento US 2007/0028825 A1 o el documento WO 2015011177 A1, se encuentra en la unión química del compuesto farmacológicamente activo que presenta al menos un grupo amino, en particular de medetomidina, tal como se da a conocer aquí, a un compuesto que contiene al menos un grupo isocianato. Además, también sorprende el hecho que la actividad frente a una colonización o bio-incrustación en estructuras subacuáticas de los compuestos de acuerdo con la invención se conserve también en una composición, por ejemplo, para el revestimiento.

Mediante la enseñanza de acuerdo con la invención se evita un agotamiento o un empobrecimiento significativo de la concentración de medetomidina, que no está unida covalentemente, tal como, por ejemplo, en un compuesto de aducto con un compuesto que contiene un grupo isocianato, en una composición según el estado de la técnica. Con ello, se prolonga en el tiempo la protección de estructuras subacuáticas frente a una colonización de organismos marinos o bien bio-incrustaciones.

Se sobreentiende y se pretende que todas las formas de realización que se dan a conocer en esta memoria en relación con los compuestos y las composiciones descritos sean aplicables en la misma medida a los usos y procedimientos descritos, y viceversa. Formas de realización de este tipo caen, por lo tanto, asimismo en el alcance de la presente invención.

- 5 Los siguientes Ejemplos han de explicar con mayor detalle el objeto de la presente invención sin actuar en este caso de forma limitante.

**Ejemplo 1 de acuerdo con la invención:** Preparación del compuesto 2

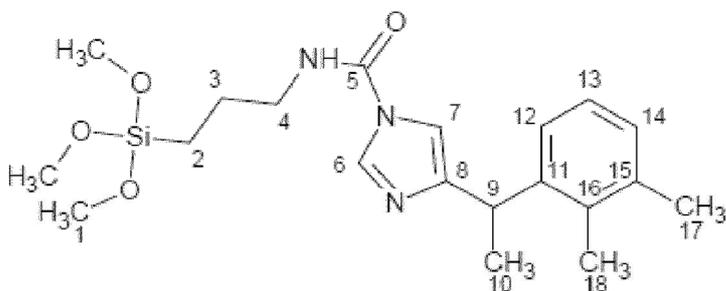
10 Se hacen reaccionar en cantidad equimolar 101,60 g de 3-isocianatopropiltrimetoxisilano, adquirible en el comercio como Vestanat® EP-IPMS, con 98,38 g de medetomidina, adquirible en el comercio como Selektop®. Para la catálisis, se añade 0,01 % en peso de estannato de dibutil-dilaurilo. Esta mezcla se calienta a 60 °C con agitación a lo largo de un espacio de tiempo de 3 horas y después de otros 30 minutos se añade como disolvente 20 % en peso de acetato de propilenglicol-monometiléter, adquirible en el comercio como Dowanol™ PMA. La solución se continúa agitando hasta que se alcance un contenido residual en isocianato de < 0,1 % en peso – determinado según la Norma DIN EN ISO 11909 - ; duración, aprox. 5 h. Todos los datos de porcentaje se refieren a los pesos netos de los eductos 3-isocianatopropiltrimetoxisilano y medetomidina. A continuación, esta solución se enfría con agitación a la temperatura ambiente y se retira el disolvente.

El examen analítico por <sup>13</sup>C-RMN confirma la estructura previamente divulgada del compuesto 2 de acuerdo con la invención.

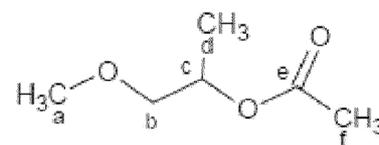
20 3-isocianatopropiltrimetoxisilano se hizo reaccionar por completo para formar el aducto, el compuesto de la fórmula (2) de acuerdo con la invención, de manera correspondiente ha desaparecido la señal del grupo NCO libre a aprox. 122 ppm y se ha formado una nueva señal de carbonilo a 149 ppm.

La muestra contiene adicionalmente restos del disolvente acetato de metoxipropilenglicol.

Todas las señales están asignadas en la siguiente Tabla 1.



Compuesto (2)



Acetato de metoxipropilenglicol

25 Tabla 1: Asignación de señales por <sup>13</sup>C-RMN:

Posición de la señal [ppm]	Intensidad	Multiplicidad	Asignación
170,6	0,7	Cq	E
149,4	1	Cq	5
148,4	1	Cq	8
142,7	1	Cq	11
136,7	1	Cq	16
136,0	1	CH*	6
134,0	1	Cq	15
128,0	1	CH	10
125,5	1	CH	13

Posición de la señal [ppm]	Intensidad	Multiplicidad	Asignación
124,5	1	CH	12
112,4	1	CH*	7
77,8	-	Cq	CDCl <sub>3</sub>
75,1	0,7	CH <sub>2</sub>	b
69,4	0,7	CH	C
59,0	0,7	CH <sub>3</sub>	a
50,5	3	CH <sub>3</sub>	1
43,2	1	CH <sub>2</sub>	4
35,3	1	CH	9
22,7	1	CH <sub>2</sub>	3
21,2	0,7	CH <sub>3</sub>	f
20,9	1	CH <sub>3</sub>	17
20,6	1	CH <sub>3</sub>	10
16,6	0,7	CH <sub>3</sub>	d
14,7	1	CH <sub>3</sub>	18
6,7	1	CH <sub>2</sub>	2

5 La asignación de las señales de los átomos de carbono respectivos en el compuesto de la fórmula (2) de acuerdo con la invención se caracteriza en la Tabla 1 mediante las cifras 1 – 18, la asignación correspondiente de las señales de los restos de disolvente mediante las letras a –f. Las señales con las asignaciones 6 y 7 en un experimento DEPT de la medición por <sup>13</sup>C-RMN confirman las posiciones en el ciclo heteroaromático como carbonos terciarios CH en el compuesto de la fórmula (2) de acuerdo con la invención. Las siguientes Figuras 1a y 2a reproducen los resultados de las mediciones por <sup>13</sup>C-RMN. En las Figuras 1b y 2b se dan a conocer las condiciones de medición respectivas.

**Ejemplo 2 de acuerdo con la invención:** Preparación de la composición

10 El aducto preparado a partir de 3-isocianatopropiltrimetoxisilano y medetomidina del Ejemplo 1 de acuerdo con la invención, el compuesto de la fórmula (2) de acuerdo con la invención, se mezcla a temperatura ambiente con 3-aminopropiltrimetoxisilano y estannato de dibutil-dilaurilo en una relación ponderal de 1 : 0,1 : 0,001 referido a la cantidad empleada de aducto de la fórmula (2).

**Ejemplo 3 de acuerdo con la invención:** Uso de la composición para el revestimiento de estructuras subacuáticas para la protección frente a la colonización y/o el crecimiento de organismos marinos en estructuras subacuáticas.

15 La composición obtenida en el Ejemplo 2 de acuerdo con la invención se aplica sobre placas de ensayo como sustrato. El endurecimiento tiene lugar a la temperatura ambiente.

20 Las placas de ensayo se montan sobre bastidores y se almacenan en el mar de Hook/mar del Norte en un espacio de tiempo de mayo a octubre. La construcción está fijada a boyas y es cubierta constantemente por el agua de mar. El examen de las placas respectivas tuvo lugar a intervalos de tiempo regulares. A partir de mayo de 2014 se llevó a cabo un ensayo de limpieza, en el que con una escobilla de mano se cepilló en cada caso cinco veces de izquierda a derecha bajo ligera presión. La subsiguiente limpieza con el aparato de limpieza a alta presión tuvo lugar después de un espacio de tiempo de almacenamiento a finales de octubre de 2014.

#### Evaluación

25 La reacción de 41 % en peso de medetomidina, 42 % de 3-isocianatopropiltrimetoxisilano en 17 % de acetato de propilenglicol-monometiléter y la formulación de pintura producida a partir de ello a base del producto VESTANAT® EP-MF 201 adquirible en el comercio, contenía 12,5 % en peso de aducto del compuesto de la fórmula (2) de acuerdo con la invención. Las placas revestidas mostraron después de la fase de crecimiento una cubrición o una bio-incrustación a eliminar fácilmente.

Tabla 2

Fecha	Algas silíceas	Cubrición
27.5.2014	Colonización densa	Cubrición densa en musgo del ciprés
18.6.2014	Colonización densa	Cubrición densa en musgo del ciprés
11.7.2014	Colonización densa	Cubrición densa en musgo del ciprés
25.7.2014	Menor colonización	Menor cubrición
7.8.2014	Ninguna colonización	Algas rojas, musgo del ciprés
22.8.2014	Pocas algas	Algas rojas, musgo del ciprés
17.9.2014	Pocas algas	Algas rojas por toda la superficie y musgo del ciprés
4.10.2014	Pocas algas	Por toda la superficie y musgo del ciprés
20.10.2014	Pocas algas	Por toda la superficie y musgo del ciprés

5 La evaluación de las placas demuestra que primeramente tiene lugar un crecimiento de algas silíceas y musgo del ciprés, pero éste disminuye de nuevo después de algunas semanas o bien se retira de la placa. Después de algunas semanas, se puede observar la cubrición de algas rojas, pero a lo largo de todo el espacio de tiempo no se observó cubrición alguna de balánidos. Los resultados están recopilados en la Tabla 2.

10 La cubrición muestra solo un ligero perfil de adherencia, dado que la misma puede ser separada mediante un ensayo de limpieza. Una limpieza con el aparato de limpieza a alta presión muestra una limpieza casi completa de las placas y esto ya solo al aplicar una ligera presión. Una limpieza completa bajo ligero tratamiento con una espátula pudo demostrarse finalmente. La siguiente Figura 3 muestra en cada caso fotografías de los resultados de estos ensayos de limpieza con indicación del tipo de limpieza – manualmente con espátula o aparato de limpieza a alta presión – y la presión utilizada.

**Ejemplo comparativo:** Uso de la composición para el revestimiento de estructuras subacuáticas en ausencia de un aducto del compuesto de la fórmula (2) de acuerdo con la invención

15 Se prepara una composición en ausencia de medetomidina y se aplica sobre placas de ensayo como sustrato. El endurecimiento tiene lugar a la temperatura ambiente.

20 Las placas de ensayo se montan sobre bastidores y se almacenan en el mar de Hook/mar del Norte en un espacio de tiempo de mayo a octubre. La construcción está fijada a boyas y es cubierta constantemente por el agua de mar. El examen de las placas respectivas tuvo lugar a intervalos de tiempo regulares. A partir de mayo de 2014 se llevó a cabo un ensayo de limpieza, en el que con una escobilla de mano se cepilló en cada caso cinco veces de izquierda a derecha bajo ligera presión. La subsiguiente limpieza con el aparato de limpieza a alta presión tuvo lugar después de un espacio de tiempo de almacenamiento a finales de octubre de 2014.

Evaluación

25 Las placas revestidas en ausencia de un aducto del compuesto de fórmula (2) de acuerdo con la invención muestran después de la fase de crecimiento un crecimiento que no se ha de eliminar.

Tabla 3

Fecha	Algas silíceas	Cubrición
27.5.2014	Colonización densa	Poca cubrición
18.6.2014	Colonización densa	Poca cubrición
11.7.2014	Colonización densa	Poca cubrición
25.7.2014	Fuerte colonización	Poca cubrición, musgo del ciprés aislado
7.8.2014	Menor colonización	Pequeños balánidos
22.8.2014	Colonización moderada	Organismos mayores que 640
17.9.2014	Colonización moderada	Formas pequeñas, algas rojas

<b>Fecha</b>	<b>Algas silíceas</b>	<b>Cubrición</b>
4.10.2014	Colonización moderada	Algas rojas, balánidos
20.10.2014	Colonización completa	Balánidos recubiertos con algas rojas

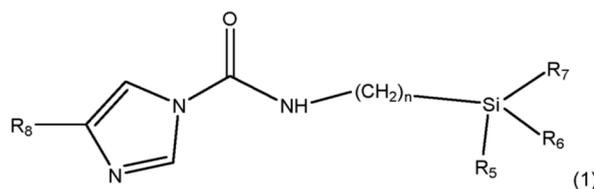
5 La evaluación de las placas demuestra que primeramente tiene lugar un crecimiento de algas silíceas, éste aumenta primeramente, pero luego, después de algunas semanas, disminuye de nuevo o bien se retira de la placa. Después de algunas semanas, se puede observar la cubrición de musgo del ciprés y balánidos. Los resultados están recopilados en la Tabla 3.

10 La cubrición muestra un fuerte perfil de adherencia, de modo que con el tratamiento con el aparato de limpieza a alta presión no se alcanza una limpieza de las placas. Tampoco un tratamiento a presión con una espátula condujo a una limpieza completa. Estas circunstancias se dan a conocer mediante siguiente Figura 4. Muestra en cada caso fotografías de los resultados de estos ensayos de limpieza con indicación del tipo de limpieza – manualmente con espátula o aparato de limpieza a alta presión – y la presión utilizada.

La fuerte adherencia de la bio-incrustación resulta particularmente clara debido a que también una limpieza a alta presión de hasta 200 bar no conduce a éxito de limpieza visible alguno.

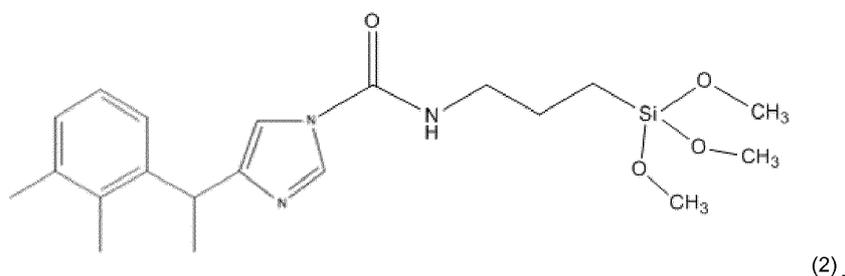
REIVINDICACIONES

1. Compuesto de la fórmula:



5 Caracterizado por que  
 $n = 1 - 8$ ,  
 $R_5, R_6, R_7$ , independientemente uno de otro, se eligen del grupo de radical alcoxi C1-C3,  
 $R_8$  se elige del grupo de radical alquilo, aralquilo, heteroaralquilo.

2. Compuesto según la reivindicación 1, caracterizado por que presenta la fórmula:



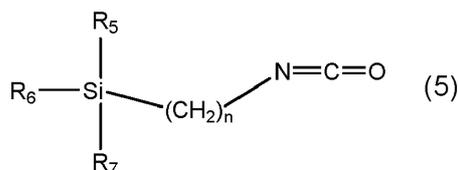
10 3. Composición, caracterizada por que presenta al menos un compuesto según una de las reivindicaciones 1-2.

4. Composición según la reivindicación 3, caracterizada por que presenta el compuesto de la fórmula (2).

5. Composición según la reivindicación 3 o 4, caracterizada por que presenta un inductor de la adherencia, preferiblemente elegido del grupo de las aminas alcoxisililalquil-sustituidas.

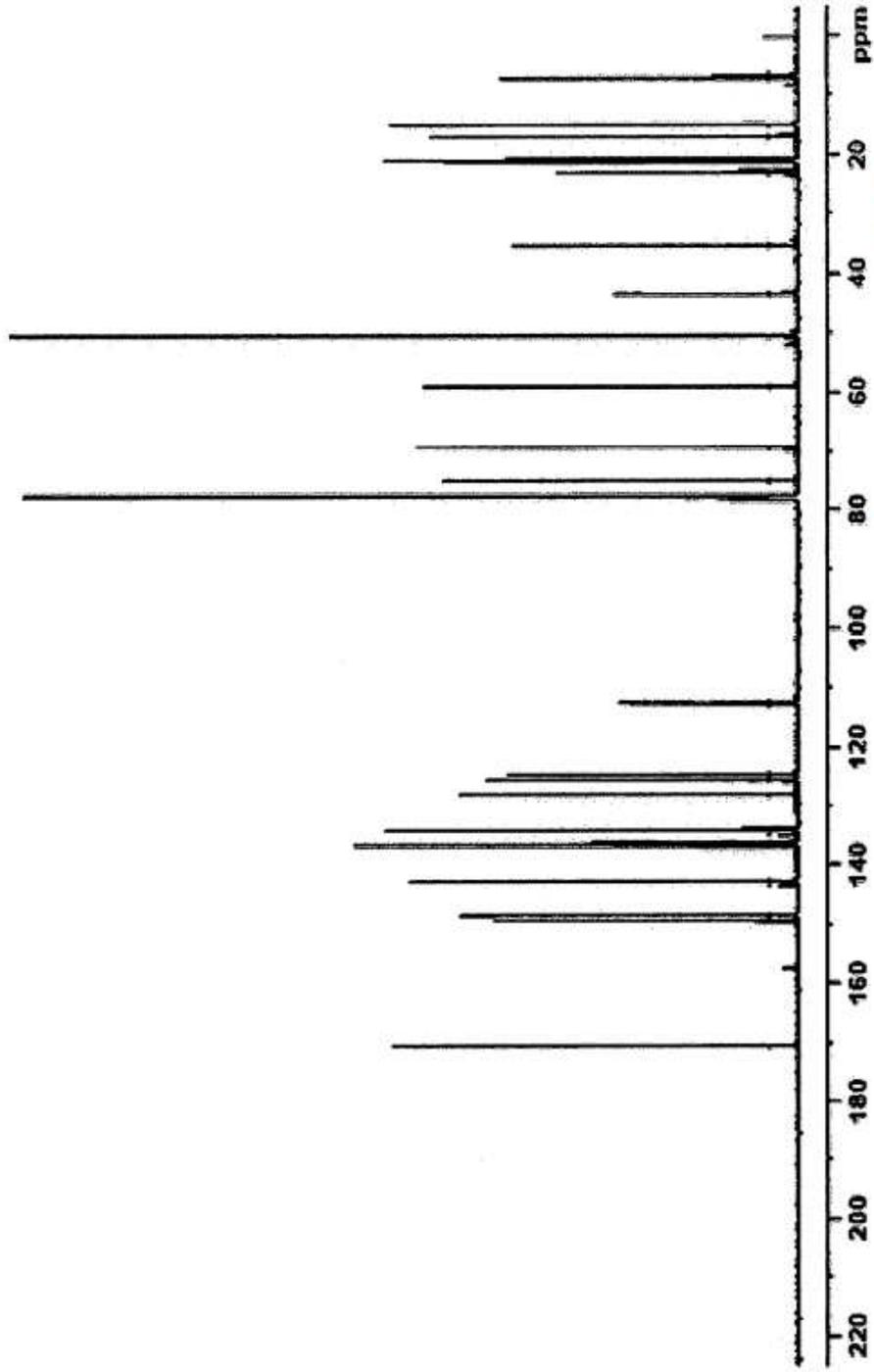
15 6. Procedimiento, caracterizado por que presenta las siguientes etapas:  
 a) proporcionar al menos un compuesto con contenido en un grupo isocianato de la fórmula  $R-N=C=O$  (4), en donde R se elige del grupo que comprende radical alifático, aromático, cicloalifático, heterocíclico sustituido o no sustituido y radical alcoxisililalquilo, preferiblemente radical alcoxisililalquilo,  
 20 b) proporcionar al menos un compuesto seleccionado del grupo de compuestos farmacológicamente activos que contiene al menos un grupo amina; en donde el compuesto farmacológicamente activo se elige de compuestos con los números de registro CAS 86347-14-0, 86347-15-1, 113775-47-6 y/o 106807-72-1,  
 c) hacer reaccionar los compuestos mencionados en las etapas a) y b) en presencia de un catalizador.

25 7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que el compuesto que contiene al menos un grupo isocianato, proporcionado en la etapa a), presenta la fórmula:



en donde  $n = 1 - 8$  y  $R_5, R_6, R_7$ , independientemente uno de otro, se eligen del grupo radical alcoxi C1-C3.

8. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 6 a 7, caracterizado por que el producto de reacción de la etapa c) se mezcla con un inductor de la adherencia, preferiblemente elegido del grupo de las aminas alcoxisililalquil-sustituidas.
- 5 9. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 6 a 8, caracterizado por que en la etapa a) y/o b) se proporciona, además, un inductor de la adherencia, preferiblemente elegido del grupo de las aminas alcoxisililalquil-sustituidas.
10. Uso de un compuesto según al menos una de las reivindicaciones 1 a 2, de una composición según al menos una de las reivindicaciones 3 a 5 o de un procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 6 a 9, como o para la producción de revestimientos, en particular de revestimientos de estructuras subacuáticas.



Espectro de <sup>13</sup>C-RMN de la muestra 1433/06224, Aducto IPMS 85

Figura 1 a

**Parámetros Datos Actuales**

NOMBRE sta01816  
 EXPNO 20  
 PROCNO 1

**Parámetros Adquisición F2**

Fecha 20150204  
 Hora 23.18  
 INSTRUM spect  
 PROBHD 5 mm CPPBBO BB  
 PULPROG zgig30  
 TD 65536  
 DISOLVENTE CDCl3+Cr(acac)3  
 NS 1024  
 DS 4  
 SWH 37593.984 Hz  
 FIDRES 0.573639 Hz  
 AQ 0.8716288 s  
 RG 2048  
 DW 13.300 us  
 DE 6.00 us  
 TE 303.0 K  
 D1 3.00000000 s  
 D11 0.03000000 s  
 TD0 1

## ===== CANAL f1 =====

NUC1 13C  
 P1 9.90 us  
 PL1 0.60 dB  
 PL1W 79.85330200 W  
 SFO1 125.7559045 MHz

## ===== CANAL f2 =====

CPDPRG[2] waltz16  
 NUC2 1H  
 PCPD2 80.00 us  
 PL2 -4.50 dB  
 PL12 15.12 dB  
 PL2W 21.23837280 W  
 PL12W 0.23180418 W  
 SFO2 500.0630000 MHz

**Parámetros Procesamiento F2**

SI 65536  
 SF 125.7401628 MHz  
 WDW EM  
 SSB 0  
 LB 1.00 Hz  
 GB 0  
 PC 1.40

Figura 1 b



**Parámetros Datos Actuales**

NOMBRE sta01816  
 EXPNO 21  
 PROCNO 1

**Parámetros Adquisición F2**

Fecha 20150204  
 Hora 23.26  
 INSTRUM spect  
 PROBHD 5 mm CPPBBO BB  
 PULPROG dept135  
 TD 65536  
 SOLVENT CDCl3+Cr(acac)3  
 NS 128  
 DS 4  
 SWH 32679.738 Hz  
 FIDRES 0.498653 Hz  
 AQ 1.0027008 s  
 RG 2580.3  
 DW 15.300 us  
 DE 6.00 us  
 TE 303.0 K  
 CNST2 145.0000000  
 D1 2.00000000 s  
 D2 0.00344828 s  
 D12 0.00002000 s  
 TD0 1

===== CANAL f1 =====

NUC1 13C  
 P1 9.90 us  
 P2 19.80 us  
 PL1 0.60 dB  
 PL1W 79.85330200 W  
 SFO1 125.7527610 MHz

===== CANAL f2 =====

CPDPRG[2] waltz16  
 NUC2 1H  
 P3 9.40 us  
 P4 18.80 us  
 PCPD2 80.00 us  
 PL2 -4.50 dB  
 PL12 15.12 dB  
 PL2W 21.23837280 W  
 PL12W 0.23180418 W  
 SFO2 500.0620000 MHz

**Parámetros Procesamiento F2**

SI 32768  
 SF 125.7401626 MHz  
 WDW EM  
 SSB 0  
 LB 1.00 Hz  
 GB 0  
 PC 1.40

Figura 2 b

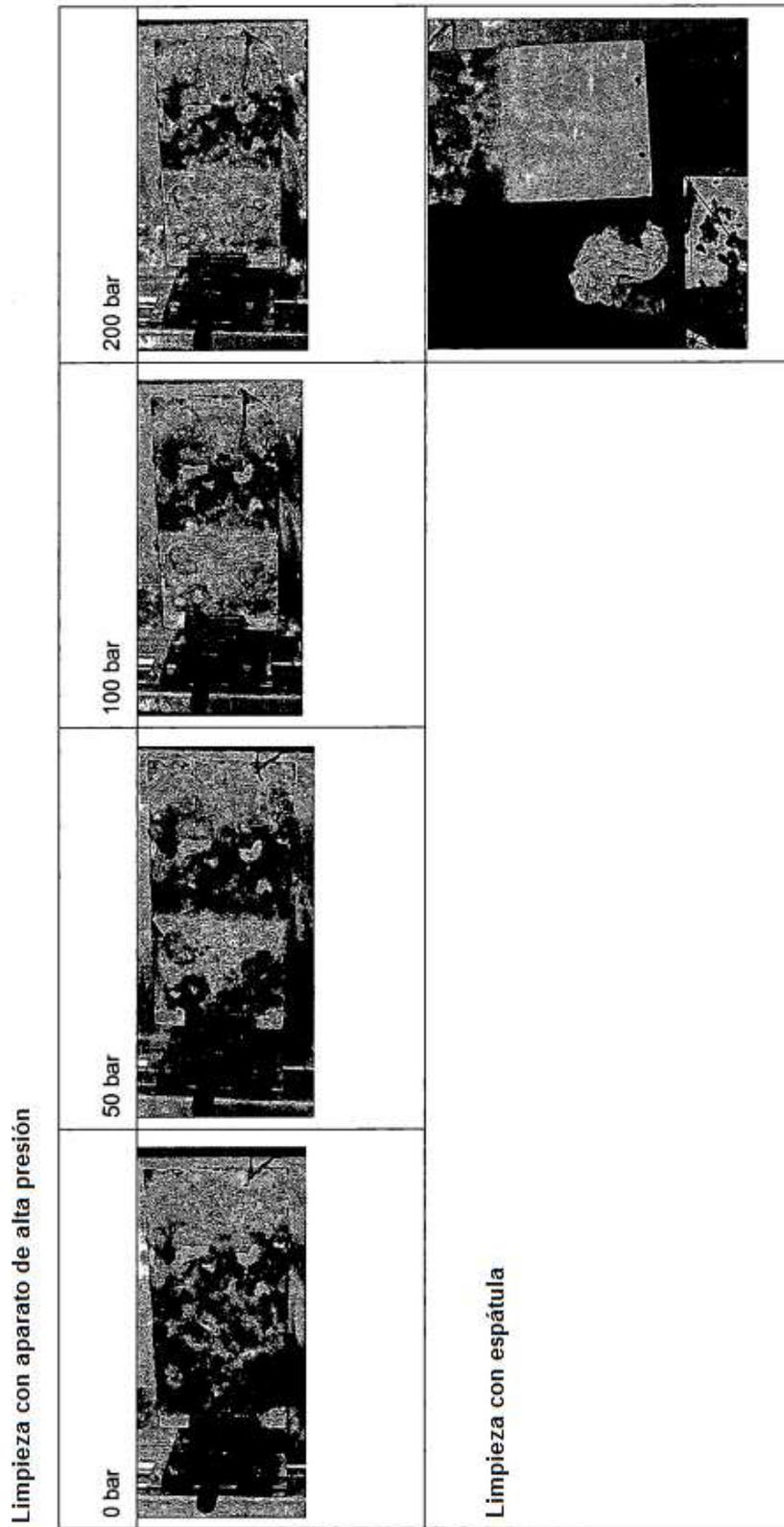


Figura 3

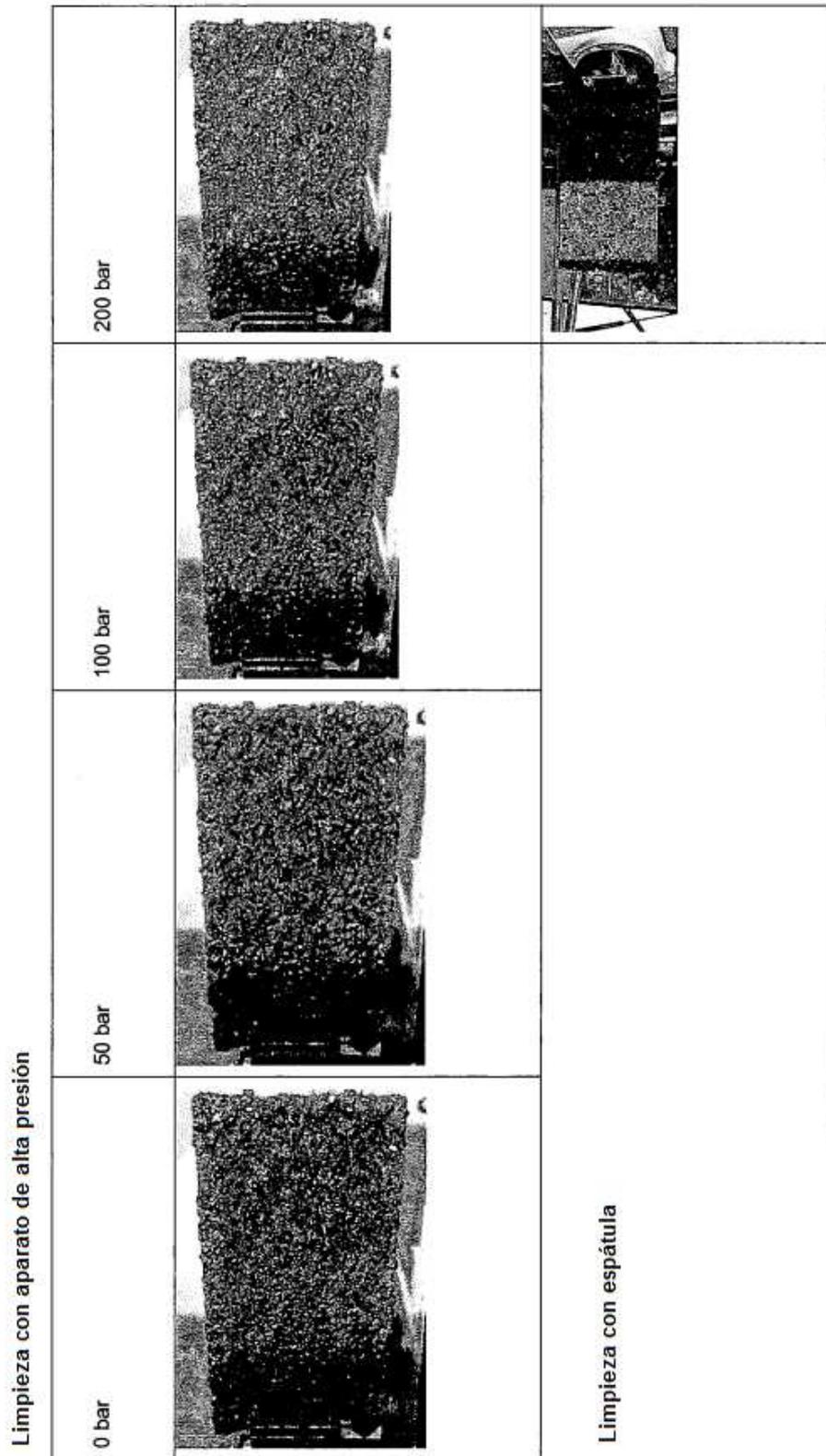


Figura 4