

MEMÓRIA DESCRITIVA
DA
PATENTE DE INVENÇÃO


Nº 94 363

NOME: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES PLC

EPIGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO EM
PARTÍCULAS SÓLIDAS CONTENDO ISOTIAZOLINONA OU
DERIVADOS DE ISOTIAZOLO-TIONA".

INVENTORES: B.S. Backhouse, residente na Bélgica e W.A.Fern
residente na Inglaterra.

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo
4º da Convenção da União de Paris de 20 de Março de 1883.
Grã-Bretanha - 12 de Junho de 1990, sob o número 8913513.1.



Descrição referente à patente de invenção de IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES PLC, britânica, industrial e comercial, com sede em Imperial Chemical House, Millbank, London SW1P 3JF, Inglaterra, (inventores: B.S. Backhouse, residente na Bélgica e W.A. Fern, residente na Inglaterra) para "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO EM PARTÍCULAS SÓLIDAS CONTENDO ISOTIAZOLINONA OU DERIVADOS DE ISOTIAZOLO-TIONA":


DESCR I Ç Ã O

A presente invenção refere-se a composições, especialmente a composições de partículas sólidas que são úteis como biocidas industriais.

Os biocidas industriais são úteis para evitar os prejuízos industriais, especialmente os causados por bactérias e fungos. Os biocidas industriais encontram a sua aplicação, entre outras, na conservação de pinturas, gradeamentos, adesivos, curtumes, madeiras, fluidos para trabalhar o metal, água de refrigeração e, materiais plásticos.

Uma classe de compostos que se podem utilizar como biocidas industriais, baseia-se na estrutura da isotiazolina, por exemplo a 5-cloro-2-metil-isotiazolina-3-ona; 4,5-dicloro-metil-isotiazolina-3-ona; 1,2-benzil-isotiazolina-3-ona; 4,5-trimetileno-4-sotiazolina-3-ona.

Em numerosas aplicações utiliza-se um biocida



industrial num meio líquido, especialmente num meio aquoso e para tais aplicações é aconselhável ser possível introduzir o biocida no meio a ser protegido pelo biocida. Efectua-se convenientemente a introdução utilizando uma solução do biocida, especialmente uma solução aquosa. No entanto, a solubilidade na água de alguns compostos de iso-tiazolina é limitada e, apesar de alguns dos seus sais, especialmente os sais de amina e os sais de metais alcalinos possuírem uma solubilidade elevada, isto encontra-se algumas vezes limitado, especialmente a temperaturas de 0°C e inferiores. Existem numerosas propostas para a utilização de sistemas contendo alcanolaminas (GB 1191253), diaminas (GB 1330531) e glicóis (GB 2004747) de que resultaram soluções de melhor estabilidade física.

No entanto, tais sistemas necessitam da utilização de quantidades consideráveis de solvente orgânico o que é comercialmente indesejável.

Podem obter-se as isotiazolinas numa forma não purificada como uma dispersão aquosa ou como uma pasta o que é satisfatório para algumas aplicações. No entanto, estas dispersões ou pastas têm tendência para se depositar de um modo permanente, dificultando uma correcta introdução.

Para além disso, as dispersões e pastas podem possuir propriedades físicas variáveis que podem dar origem a problemas na manipulação ou a outros problemas na utilização.

A provisão de uma isotiazolinona como um sólido constituído por finas partículas é um método possível para ultrapassar as dificuldades de obtenção de soluções estáveis de custo eficaz ou dispersões ou pastas satisfatórias.

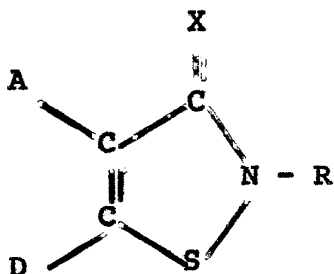
Até agora foi difícil proporcionar tais sólidos constituídos por finas partículas, devido às exigências da higiene industrial de que necessita o conteúdo de um sólido seco. Para além disso, alguns compostos de isotiazolinona possuem uma estabilidade inadequada quando se encontram secos.

Constitui o objectivo da presenta invenção, proporcionar sólidos constituídos por finas partículas, contendo uma isotiazolinona.

~~CONFIDENTIAL~~

De acordo com a presente invenção, proporciona-se um sólido constituído por finas partículas que compreende a) uma isotiazolinona ou um derivado de isotiazolinona ou um sal ou um seu complexo e, b) um sal inorgânico solúvel na água que não forme um sal insolúvel na água ou um complexo insolúvel na água com a isotiazolinona, isotiazolotona ou um sal ou um complexo.

Os derivados de isotiazolinonas ou de isotiazolotonas que são componentes (a) do sólido constituído por finas partículas é, normalmente um composto com a fórmula geral:



ou um seu sal ou complexo;

em que:

X é um átomo de oxigénio ou de enxofre;


R é um átomo de hidrogénio, um grupo hidrocarbilo substituído ou não substituído, um grupo hidrocarbilitio substituído ou não substituído, um grupo hidrocarbiloxi substituído ou não substituído ou um grupo carbamilo;

A é um átomo de hidrogénio, um átomo de halogéneo, um grupo ciano ou um grupo hidrocarbilo substituído ou não substituído;

D é um átomo de hidrogénio, um átomo de halogéneo, um grupo ciano, ou um grupo hidrocarbilo substituído ou não substituído; ou

A e D, conjuntamente com os átomos de carbono aos quais se encontram ligados, formam um anel com 5 ou 6 reamificações, que podem, por opção, ser substituídas.

De um modo preferencial o componente a) é, pelo menos um derivado de isotiazolinona, que é um composto no qual X é um átomo de oxigénio. Se os grupos R, A e D são, ou contêm grupos hidrocarbilo substituídos, os substituintes são, ha-




bitualmente, halogênio, alcoxi ou alquiltio, especialmente aqueles nos quais os grupos alquilo contêm de um a 4 átomos de carbono. Se R for um grupo carbamilo, é do tipo geral $-CONHR$ em que R é um átomo de hidrogênio ou um grupo hidrocarbilo, que se pode substituir. Prefere-se, geralmente, que o grupo R seja um átomo de hidrogênio ou um grupo alquilo inferior, que é um grupo alquilo contendo de 1 a 4 átomos de carbono. R é especialmente hidrogênio ou um grupo metilo.

A e D podem, conjuntamente com os átomos de carbono aos quais se encontram ligados, formar um anel com 5 ou 6 ramificações que podem ser substituídas, sendo, geralmente, os substituintes halogênio, grupos alquilo, alcoxi ou alquiltio. Os anéis assim obtidos, podem conter um heteroátomo, por exemplo um átomo de azoto mas, geralmente A e D formam um anel de hidrocarbonetos tal como os anéis de benzeno, de ciclopenteno e de ciclo-hexeno.

De um modo alternativo, A e D consistem em grupos separados e um ou deles ou ambos podem ser um átomo de hidrogênio. Prefere-se, geralmente, que, pelo menos um em A e D não seja um átomo de hidrogênio e, seja, especialmente, um átomo de halogênio, por exemplo cloro, ou um grupo alquilo inferior.

Os compostos que se podem utilizar como um componente a) do sólido constituído por finas partículas, incluem 5-cloro-2-metil-isotiazolin-3-ona (R é metil, A é hidrogênio e D é cloro); 4,5-dicloro-2-metil-isotiazolin-3-ona (R é metil e A e D são ambos cloro); 2-n-octil-isotiazolin-3-ona (R é n-octilo, A e D são ambos hidrogênio); 1,2-benzisotiazolin-3-ona (R é hidrogênio e A e D conjuntamente com os átomos de carbono aos quais se encontram ligados formam um anel benzênico);

4,5-trimetileno-4-isotiazolin-3-ona (R é hidrogênio e A e D, conjuntamente com os átomos de carbono aos quais se encontram ligados formam um anel de ciclo-penteno); e 2-metil-4,5-trimetileno-4-isotiazolin-3-ona (R é metil e A e D, conjuntamente com os átomos de carbono aos quais se encontram ligados formam um anel de ciclopenteno).




O componente a) é, especialmente um no qual R é hidrogênio e A e D em conjunto, formam um anel de bhidrocarbonetos não substituído com 5 ou 6 ramificações, tal como, por exemplo na 1,2-benzisotiazolin-3-ona e na 4,5-trimetileno-4-isotiazolin-3-ona.

Alguns compostos de isotiazolinonas ou de isotiazolotionas que se podem utilizar como o componente a) possuem uma melhor solubilidade na água quando se encontram sob a forma de um sal ou de um complexo. Pode ser um sal ou complexo com qualquer catião adequado, por exemplo, uma amina (incluindo uma alcanolamina) ou um metal. Prefere-se que o sal metálico ou complexo seja com um metal monovalente, especialmente um metal alcalino. O sal de metal alcalino pode ser lítio, sódio, ou potássio, mas dá-se, geralmente preferência à utilização de sal de sódio tendo em vista a fácil disponibilidade dos compostos de sódio adequados a partir dos quais se prepara o sal.

Alguns compostos de isotiazolinonas ou de isotiazolotionas que se podem utilizar como componente a) são sensíveis às situações alcalinas e decompõem-se em presença de meio alcalino.

O sal inorgânico solúvel em água que é o componente b) do sólido constituído por finas partículas, da presente invenção não deverá formar um sal insolúvel em água ou um complexo insolúvel em água com o componente a). Para além disso, o sal deverá ser compatível com o componente a) e deverá ser de tal modo que tampona o pH de uma solução aquosa a um valor para o qual o componente a) seja solúvel e estável.

Os sais dos metais bi-valentes podem formar sais insolúveis na água com certas isotiazolinonas ou certas isotiazolotionas que se podem utilizar como componente a). Por esse motivo, estes sais nem sempre são adequados para se utilizarem como componente b). No entanto descobriu-se que alguns sais de metais bi-valentes se podem utilizar como componente b) sem formação de sais insolúveis na água com o componente a). Assim, obteve-se um sistema solúvel quando se utiliza sulfato de magnésio como o componente b). Os sais preferenciais são os sais metálicos alcalinos.




Os sais não deverão proporcionar um pH de que resulte a isotiazolinona ou a isotiazolotona numa forma ou decomposição insolúvel. Assim, para os compostos que mostram instáveis em meio alcalino, o sal deverá ser um sal neutro ou um sal ácido, por exemplo, sulfato de sódio ou, mais preferencialmente, di-hidrogeno-fosfato de sódio. Em contraste, alguns compostos de isotiazolinona são insolúveis em meio ácido e, por este motivo o sal deverá ser neutro ou, de um modo preferencial, básico, por exemplo, hidrogeno-fosfato de di-sódio.

Os sólidos particulados, de acordo com a presente invenção, incluem aqueles nos quais o componente a) é 5-cloro-2-metil-isotiazolin-3-ona ou, 4,5-dicloro-2-metil-isotiazolin-3-ona e o componente b) é um sal ácido.

Outros sólidos particulados incluem aqueles nos quais o componente a) é um sal ou um complexo, de preferência um sal de metal alcalino, de 1,2-benzisotiazolin-3-ona, ou 4,5-trimetileno-4-isotiazolin-3-ona e o componente b) é um sal alcalino.

Um sólido constituído por finas partículas, preferencial, de acordo com a presente invenção consiste num par a qual o componente a) é um sal de sódio de 1,2-benzisotiazolin-3-ona e o componente b) é hidrogeno-fosfato de di-sódio.

O sólido constituído por finas partículas pode incluir outros componentes em adição aos derivados de isotiazolinona ou de isotiazolotona e, aos sais inorgânicos solúveis em água. Os sólidos constituídos por finas partículas, podem conter de 10 a 45% de peso, em água. No entanto, a proporção de água presente no sólido constituído por finas partículas, deve ser tal que não afecte de modo adverso as propriedades de fluxo do sólido. O conteúdo de água do sólido constituído por finas partículas, deve encontrar-se no intervalo compreendido entre 20 e 40% do peso do sólido constituído por finas partículas. A proporção do componente a) é usualmente de, pelo menos, 10% do peso das partículas sólidas e, prefere-se que o componente a) se encontre presente numa quantidade de, pelo menos 20% do peso das partículas sólidas. Os sólidos constituídos por finas partículas



especialmente preferidos, de acordo com a presente invenção contém entre 25 e 40% em peso de componente a).


O componente b) do sólido constituído por finas partículas encontra-se habitualmente presente numa quantidade de, pelo menos, 10% em peso. Geralmente, a proporção do componente b) não deve exceder 50% do peso da composição de partículas sólidas. Obtiveram-se sólidos constituídos por finas partículas que possuíam propriedades úteis, que continham de 20 a 35% em peso do componente b).

Para além de conter os componentes a) e b) e, de um modo geral, conterem, também, água, os sólidos constituídos por finas partículas podem conter outros componentes, numa proporção menor, não superior a 2% do peso de cada um dos outros componentes. Um desses componentes que podem encontrar-se presentes consiste num agente desempoeirante. Os agentes desempoeirantes adequados incluem o dodecil-benzeno, o tridecildecanoato, o propano de trimetilol, o tridodecanoato, condensados de beta-naftol com óxido de etileno, óleo de twichel, Ensitol USN e óleo mineral. Os agentes desempoeirantes são particularmente úteis se o sólido constituído por finas partículas contiver partículas extremamente finas, uma vez que estas são aglomeradas pelos agentes desempoeirantes, reduzindo-se assim o nível de poeiras.

As quantidades preferenciais de agentes desempoeirantes encontram-se compreendidas no intervalo de 0.5 a 1,5% por peso, por exemplo, cerca de 1% do peso relativo para o peso : sólido constituído por partículas finas, incluindo o agente desempoeirante.

Um sólido constituído por finas partículas, preferencial, de acordo com a presente invenção, contém o sal de sódio de 1,2-benzisotiazolin-3-ona, hidrogeno-fosfato de di-sódio, água e um agente desempoeirante.


No sólido constituído por finas partículas, preferencial, o sal de sódio de 1,2-benzisotiazolina-3-ona encontra-se presente numa quantidade de 20 a 40% de peso; o hidrogeno-fosfato de di-sódio, encontra-se presente numa quantidade de 20 a 40% de peso e o agente desempoeirante, numa quantidade



de 0,5 a 1,5% de peso. Em geral, os componentes anteriores agregam-se a 100% do peso do sólido de finas partículas.

Conforme se exporã, mais detalhadamente adiante, obteve-se o sólido constituído por finas partículas, misturando conjuntamente, os seus componentes ou os precursores dos componentes, sob condições adequadas. Um dos componentes, é o sal inorgânico solúvel em água que se mistura como uma composição de partículas sólidas e, verificou-se que o tamanho da partícula do produto final depende do tamanho original da partícula do sal inorgânico solúvel em água. O sólido constituído por partículas finas, da presente invenção é, de preferência um sólido de fluxo livre que, de um modo especial, na ausência de agentes desempoeirantes, apresenta pouca tendência para a aglomeração. As dimensões das partículas sólidas dos sólidos constituídos por finas partículas são, de preferência, tais que nenhuma partícula exceda 1 mm. Um sólido constituído por finas partículas, especialmente preferencial, consiste num que possua um tamanho médio de partículas compreendido no intervalo entre 100 e 500 micrometros e, mais preferencialmente no intervalo compreendido entre 250 e 400 micrometros. Deve seleccionar-se o tamanho da partícula do componente de partida constituído por sal inorgânico solúvel em água, de modo a proporcionar a partícula final com o tamanho desejado.

Constitui uma característica especialmente desejada do sólido constituído por finas partículas da presente invenção o facto de ser facilmente solúvel na água. Deste modo, o sólido de finas partículas é, de preferência, um sólido que se dissolve essencial e completamente na água, à temperatura ambiente, isto é, 15 a 25°C, para proporcionar uma concentração de isotiazolinona ou de isotiazolotiona de 1000 ppm, p/V, num período de tempo não superior a 5 minutos e, preferencialmente num período não superior a 2 minutos. No entanto, verificar-se-ã, que a quantidade adicionada de um sólido constituído por finas partículas, deve ser de modo a proporcionar uma concentração desejada de isotiazolinona ou de isotiazolotiona e, deve ser superior, ou, geralmente inferior a 1000 ppm, p/v e, para numerosos

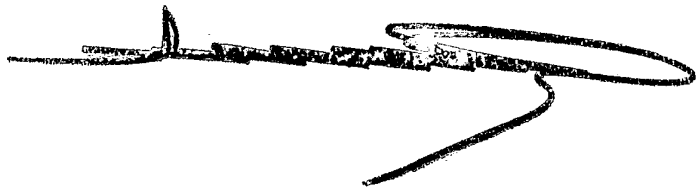


sistemas é preferível não utilizar mais do que 350 ppm, p/v, Quando a isotiazolinona é uma 1,2-benzisotiazolin-3-ona, a sua concentração deverá encontrar-se, de preferência, no intervalo compreendido entre 30 ppm a 300 ppm, p/v. Com outros compostos, aza concentração preferencial pode ser superior ou inferior, dependendo do composto em especial.

Um sólido constituído por finas partículas pode absorver vapor de água atmosférico, e, se isto não for evitado, o sólido de finas partículas pode transformar-se numa pasta viscosa. Para minimizar esta possibilidade e, também para minimizar problemas relacionados com o meio ambiente, devidos às características da isotiazolinonas e da isotiazolotona, embala-se, de preferência, em recipientes adequados. Para se reduzirem os problemas de manipulação, em relação ao meio ambiente, pode, para além disto, embalar-se o sólido constituído por finas partículas, nas quantidades desejadas em embalagens adequadas que, para se reduzir a manipulação do sólido constituído por finas partículas, numa única etapa, são formadas, de um modo muito conveniente por um material solúvel em água. Pode empacotar-se o sólido constituído por finas partículas numa quantidade adequada, dependendo do objectivo da aplicação e da escala de utilização. Deste modo, pode embalar-se o sólido constituído por finas partículas, em quantidades que vão desde 5g a 5Kg e, embalar-se-ão, geralmente, numa quantidade compreendida entre 50g e 500g.

Utilizam-se, geralmente, os sólidos constituídos por finas partículas, para se proporcionar propriedades antimicrobianas a um meio aquoso. Obtém-se, de modo conveniente, uma solução contendo o nível desejado do componente biocidicamente activo, que é a isotiazolinona ou a isotiazolotona, adicionando um número de sacos previamente determinado contendo uma quantidade conhecida de sólidos constituídos por finas partículas, a um volume de água conhecido e mexendo a mistura. Utilizando sacos formados por um material solúvel em água, os sacos dissolvem-se permitindo que os sólidos de finas partículas se dissolvam, sem qualquer outra manipulação dos sólidos constituídos por finas partículas.

Deste modo, como mais um aspecto da presente



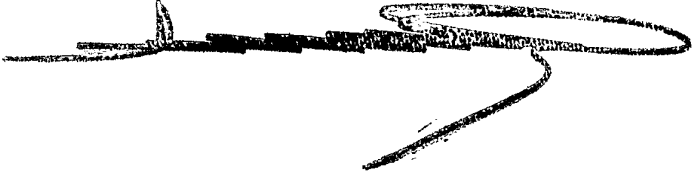
invenção, o sólido constituído por finas partículas, encontra-se embalado e vedado em sacos formados a partir de um material solúvel em água.

O material solúvel em água, a partir do qual se formam os sacos, pode consistir em qualquer produto adequado deste tipo incluindo, por exemplo, óxido de polietileno, celulose metilo, álcool polivinílico ou acetato de polivinilo.

Cada saco contém uma dose conhecida, discreta, do sólido constituído por finas partículas. Os sacos são, preferencialmente, embalados posteriormente, por exemplo, numa caixa revestida com um material plástico tal como o cloreto de polivinilo.

Pode preparar-se o sólido constituído por finas partículas, misturando conjuntamente os seus componentes ou os precursores. Se o sólido de finas partículas não contém, essencialmente água, e, se ambos os componentes forem sólidos, pode preparar-se o sólido constituído por finas partículas, utilizando qualquer técnica de mistura de sólidos adequada, por exemplo, por mistura desordenada ou por mistura a alta velocidade.

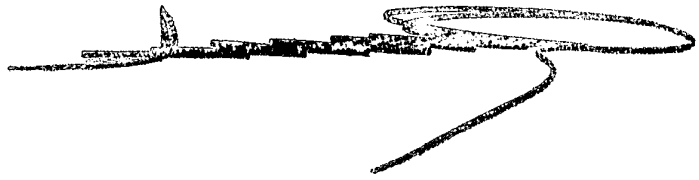
Contudo, o material de partida, isotiazolinona ou isotiazolotona contém, geralmente, quantidades de água e, durante a operação que consiste em misturá-los, a mistura forma uma pasta viscosa antes que o sólido constituído por finas partículas se obtenha finalmente. No sentido de se misturarem os materiais deste tipo, é necessário utilizar um misturador que seja capaz de processar uma grande variedade de formas físicas que sejam produzidas em diversos estádios durante o processo de mistura. De acordo com o anteriormente exposto, os misturadores adequados são os do tipo de misturadores de pasta e, de preferência são os misturadores que possuem a configuração do agitador de limpeza própria do misturador de palhetas. Os misturadores adequados para este tipo, incluem os misturadores de palhetas Z, por exemplo os que se encontram disponíveis em Baker Perkins ou Beken. Como alternativa, pode utilizar-se um misturador de tipo de carga que possua um agitador na superfície interior de circulação, encontrando-se um tal misturador disponível na Nauta.



Se se pretende incorporar a isotiazolinona ou a isotiazolotona num sólido constituído por finas partículas, com um sal ou como um complexo, a mistura efectua-se de modo conveniente, misturando em primeiro lugar a isotiazolinona ou a isotiazolotona conjuntamente com uma base, por exemplo, um hidróxido metálico tal como um hidróxido metálico alcalino, adicionando, depois, o sal inorgânico insolúvel e, continuando a mistura até que a mistura se torne num sólido de finas partículas. Quando se utiliza 1,2-benzisotiazolin-3-ona, que se encontra disponível numa forma concentrada, como uma pasta contendo, pelo menos, 50% de peso e, preferencialmente, pelo menos 60% do peso, de 1,2-benzisotiazolin-3-ona sendo o restante água conjuntamente com quantidades residuais de impurezas que resultam da produção de 1,2-benzisotiazolin-3-ona. A base é de um modo muito preferencial hidróxido de sódio que se utiliza de modo conveniente, como uma solução aquosa concentrada, contendo habitualmente, pelo menos 35% de peso, e especialmente de 40% a 50% de peso de hidróxido de sódio. Estes dois materiais formam uma pasta viscosa quando se misturam. Continua-se a misturar durante o tempo suficiente, por exemplo 0,25 a 5 horas, para permitir a reacção da 1,2-benzisotiazolin-3-ona e a base para formar o sal de sódio de 1,2-benzisotiazolin-3-ona. Adiciona-se o sal metálico solúvel em água e mistura-se durante o tempo necessário para absorver a água e formar um produto sólido constituído por finas partículas. De um modo preferencial o sal metálico solúvel em água é um sal que possui um baixo grau de hidratação e prefere-se que o sal metálico solúvel em água seja um material anidro, especialmente um material higroscópico. Um sal metálico solúvel em água especialmente útil para se utilizar com o sal de sódio de 1,2-benzisotiazolin-3-ona é o hidrogeno-fosfato de di-sódio anidro.

Efectua-se geralmente a mistura com o sal metálico solúvel em água durante 0,25 a 5 horas, por exemplo durante cerca de uma hora. Omite-se a etapa inicial da mistura com a base se não fôr necessário para se formar um sal de ou um complexo de isotiazolinona ou de isotiazolotona.

Antes de se descarregar do recipiente de mistura, adiciona-se, de preferência uma pequena porção, por exem-



plo, 2% por peso de um agente desempoeirante e, continua-se a mistura durante um curto período de tempo que, geralmente não é superior a uma hora, por exemplo, de 1 a 20 minutos.

Algumas das isotiazolinonas ou das isotiazolp-
tionas que são componentes a) do sólido constituído por finas partículas possuem características indesejáveis, por exemplo, algumas podem causar sensibilização da pele e geralmente efectua-se a manipulação destes materiais a um alto nível de contenção. Tal como se fez anteriormente notar, pode reduzir-se a manipulação das partículas sólidas embalando o sólido, nas quantidades desejadas, em sacos solúveis na água. Por isso, depois de se preparar o sólido de finas partículas é preferível transferir para uma linha de enchimento de sacos e, embalá-los em sacos, de preferência, sacos solúveis na água que se vedam. Podem manipular-se os sacos com uma margem de segurança superior e, a necessidade de um alto nível de contenção diminui, evitam-se danos nos sacos e, perda de conteúdo.

Podem, então utilizar-se, o sólido constituído por finas partículas sólidas, ou os sacos de finas partículas sólidas, para se conferir protecção contra os ataques microbianos. A utilização de isotiazolinonas para conferir protecção contra bactérias é conhecida e, o sólido constituído por finas partículas, ou os sacos de sólidos de finas partículas, podem ser utilizados, de acordo com procedimentos conhecidos, dissolvendo, por exemplo, o sólido constituído por finas partículas, ou os seus sacos num meio aquoso, cujos componentes necessitam de protecção contra uma deterioração induzida por bactérias.

Diversos aspectos da presente invenção proporcionam-se mais pormenorizadamente, daqui em diante, nos exemplos ilustrativos que se seguem, nos quais todas as porções e percentagens são dadas por peso, salvo indicação em contrário.

Exemplo 1

Efectuou-se a mistura utilizando um misturador de palhetas Z, horizontal, que se encontra disponível em Beken



e, que possuía uma capacidade de cerca de 0,5 dm³.

Carregou-se o misturador com 102 g de uma pasta de 1,2-benzisotiazolin-3-ona e água, contendo 27,44 g de água sendo o restante 1,2-benisotiazolin-3-ona, seguindo-se-lhe 40 g de água destilada e de 50 g de hidróxido de sódio aquoso contendo 23,5 g de hidróxido de sódio.

Obteve-se uma pasta viscosa que se mexeu, durante um período de tempo de uma hora. Adicionou-se ao conteúdo do misturador, que se encontrava neste ponto sob a forma de um sólido constituído por finas partículas, seco, 75 g de hidrogeno-fosfato de di-sódio anidro e, prolongou-se a mistura durante mais uma hora. Adicionou-se ao conteúdo do misturador 2,67 g de um condensado de beta-naftol com 10 moles de óxido de etileno, que se encontrava, neste ponto como um sólido de partículas secas e, prolongou-se a mistura, durante mais dez minutos.

Descarregou-se a mistura do misturador Beken, sob a forma de um sólido de partículas completamente brancas, que se verificou conter, por análise, 30,9% de 1,2-benzisotiazolin-3-ona.

Adicionaram-se 2,3 g do sólido constituído por finas partículas, resultante, a um dm³ de água destilada que se havia agitado a cerca de 80 rpm utilizando um agitador magnético. O sólido dissolveu-se em 70 segundos. A solução resultante possuía um pH de 10,3. Verificou-se que a concentração do sal de sódio de 1,2-benzisotiazolin-3-ona era de 710 ppm.

Exemplo 2

Embalaram-se amostras do sólido constituído por finas partículas, obtido, conforme se descreveu no Exemplo 1, em sacos de álcool de polivinilo numa quantidade de 10 g de sólido em cada saco.

Adicionou-se um saco a um dm³ de água destilada, que se havia agitado a cerca de 80 r.p.m., utilizando um agitador magnético.



O saco dissolveu-se em 20 segundos e o pó tinha-se dissolvido completamente em mais 120 segundos, para proporcionar uma concentração de sal de sódio de 1,2-benzisotiazolin-3-ona de cerca de 3.500 ppm.

Exemplos 3 a 6

Repetiu-se o procedimento descrito no Exemplo 1, com excepção de se ter substituído o hidrogeno-fosfato de di-sódio pela mesma quantidade de sulfato de sódio anidro, carbonato de sódio anidro, sulfato de magnésio anidro e fosfato de tri-sódio anidro.

Utilizando sulfato de sódio anidro e, carbonato de sódio anidro, o produto inicial encontrava-se um pouco em pastado mas, deixando-o repousar durante a noite num recipiente vedado, obteve-se um produto em partículas seco.

Em todos os casos o sólido granular era facilmente solúvel em água, utilizando o procedimento de ensaio descrito no Exemplo 1.

A título de comparação, utilizando quer o cloreto de magnésio, quer o acetato de magnésio, o sólido constituído por finas partículas obtido não era facilmente solúvel e conservou-se essencialmente por dissolver, sob as condições descritas no Exemplo 1.

Exemplo 7

Repetiu-se o procedimento do Exemplo 1, à excepção de se ter substituído o hidrogeno-fosfato de di-sódio por 1,5 vezes a quantidade de di-hidrogeno-fosfato-di-hidrato de sódio. Obtiveram-se partículas sólidas, secas, tal como no Exemplo 1.



Exemplos 8 a 11

Adicionou-se um produto obtido, de acordo com o processo descrito no Exemplo aliquotas de 50 g de uma tinta de exteriores acrílica, em emulsão (com base em Revacryl 1A latex a pH9), contendo 0,2% de extracto de levedura. Adicionou-se o produto à tinta em quantidades que proporcionassem um nível de 1,2-benzisotiazolin-3-ona de 125, 250, 500 ou 750 ppm, p/v na tinta. Depois, inoculou-se a mistura de tinta contendo o produto adicionado com uma mistura de bactérias.

O inóculo consistia numa suspensão mista de bactérias que se tinham preparado misturando iguais quantidades de suspensões, cada uma das quais continha uma bactéria diferente, de entre *Aeromonas hydrophila*, *Proteus rettgeri*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Serratia marcescens*, *Alcaligenes spp*, *Pseudomonas cepacia* e *Pseudomonas putida*.

Inoculou-se cada uma das misturas de tinta com 1 cm³ da mistura de suspensões bacterianas e, incubou-se a 30°C. Após períodos de contacto de três e sete dias, removeu-se uma pequena aliquota da mistura de tinta e, examinou-se, para se observar o crescimento bacteriano. Registou-se a extensão de desenvolvimento das bactérias. Após remoção de uma aliquota, no sétimo dia, adicionou-se mais 1 cm³ da suspensão da mistura bacteriana. Decorridos, um, três e sete dias de terceira semana, removeram-se aliquotas. No Quadro 1, indicam-se os resultados obtidos.

Para fins comparativos, prepararam-se mais misturas de tinta, utilizando uma solução a 205 de peso de sal de sódio de 1,2-benzisotiazolin-3-ona em dipropileno-glicol aquoso.



Exemplos 12 a 15

Repetiu-se o procedimento para os Exemplos 8 a 11, com excepção de se ter substituído a emulsão de tinta contendo extracto de levedura por uma formulação de tinta de polivinilacetato em emulsão aquosa, que não contém extracto de levedura.

Os resultados obtidos indicam-se no Quadro Dois.

QUADRO DOIS

Ex. ou Comp.Ex	Disp. (a)		Crescimento bacteriano (c)								
			Semana 1			Semana 2			Semana 3		
			Dia			Dia			Dia		
			Tipo	(ppm) (b)	1	3	7	1	3	7	1
12	1	750	0	0	0	2	0	0	0	0	0
13	1	500	0	0	0	3	2	0	0	0	0
14	1	250	2	2	0	4	4	4	4	4	4
15	1	125	4	4	4	4	4	4	4	4	4
E	BT	750	0	0	0	2	2	0	0	0	0
F	BT	500	0	0	0	2	2	0	2	1	0
G	BT	250	0	0	0	2	2	3	4	4	4
H	BT	125	2	2	3	4	4	4	4	4	4

Notas referentes ao Quadro Dois:

a, b e c possuem os mesmos significados, anteriormente definidos nas Notas do Quadro UM.

Exemplos de 16 a 24

Repetiu-se o procedimento que se descreveu para os Exemplos 8 a 11, com excepção de que se adicionou o produto em quantidades que proporcionassem um nível de 1,2-benzisotiazolín-3-ona de 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450 e 500 ppm

p/v, na tinta.

No Quadro Três, indicam-se os resultados obtidos.

QUADRO TRÊS

Ex. ou Comp.Ex	Disp. (a)		Crescimento bacteriano (c)								
			Semana 1			Semana 2			Semana 3		
			Dia			Dia			Dia		
			Tipo	(opm) (b)	1	3	7	1	3	7	1
16	1	500	0	0	0	2	0	0	1	0	0
17	1	450	0	0	0	2	0	0	2	0	0
18	1	400	0	0	0	2	2	1	2	2	1
19	1	350	0	0	0	3	2	1	3	3	2
20	1	300	0	0	0	3	3	2	3	3	3
21	1	250	0	0	0	3	3	3	3	NM	NM
22	1	200	0	0	0	3	4	3	4	NM	NM
23	1	150	0	0	0	3	4	4	4	NM	NM
24	1	100	2	3	4	4	4	4	4	NM	NM
I	BT	500	0	0	0	1	0	0	1	0	0
J	BT	450	0	0	0	1	0	0	1	0	0
K	BT	400	0	0	0	2	0	0	2	0	0
L	BT	350	0	0	0	2	0	0	3	0	0
M	BT	300	0	0	0	2	0	0	2	2	1
N	BT	250	0	0	0	3	2	1	3	2	2
O	BT	200	0	0	0	3	3	3	3	NM	NM
P	BT	150	0	0	0	4	4	4	4	NM	NM
Q	BT	100	0	1	2	4	4	4	4	NM	NM
R	NIL	NIL	4	4	4	4	4	4	4	4	4

Notas referentes ao Quadro Três:

a, b e c têm o significado anteriormente definido no Exemplo 1.

NM significa que não se efectuou nenhuma medição.

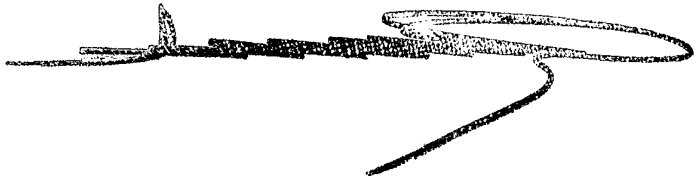
Exemplos 25 a 30

Repetiu-se o procedimento descrito nos Exemplos 16 a 24, com excepção de que a emulsão de tinta acrílica contendo extracto de levedura se substituiu por uma formulação de tinta de polivinilacetato em emulsão aquosa, que não continha extracto de levedura e em que o nível mínimo de aditivo utilizado correspondia a 200 ppm, p/v de 1,2-benzisotiazolin-3-ona, na tinta.

No Quadro Quatro, indicam-se os resultados obtidos.

QUADRO QUATRO

Ex. ou Comp.Ex	Disp. (a)		Crescimento bacteriano (c)								
			Semana 1			Semana 2			Semana 3		
			Dia			Dia			Dia		
			Tipo	(ppm) (b)	1	3	7	1	3	7	1
25	1	500	4	2	0	4	3	3	3	NM	NM
26	1	450	4	3	0	4	3	4	4	NM	NM
27	1	350	4	4	4	4	4	4	4	NM	NM
28	1	300	4	4	4	4	4	4	4	NM	NM
29	1	250	4	4	4	4	4	4	4	NM	NM
30	1	200	4	4	4	4	4	4	4	NM	NM
S	BT	500	1	0	0	2	0	0	2	0	0
T	BT	450	1	0	0	3	1	0	3	3	3
U	BT	350	2	0	0	4	3	4	4	NM	NM
V	BT	300	3	3	0	4	4	4	4	NM	NM
W	BT	250	4	4	4	4	4	4	4	NM	NM
X	BT	200	4	4	4	4	4	4	4	NM	NM
Y	NIL	NIL	4	4	4	4	4	4	4	4	4



Notas referentes ao Quadro Quatro:

a, b e, c, têm o significado anteriormente definido nas Notas do Quadro Um.

NM tem o mesmo significado, anteriormente definido, nas Notas do Quadro Um.

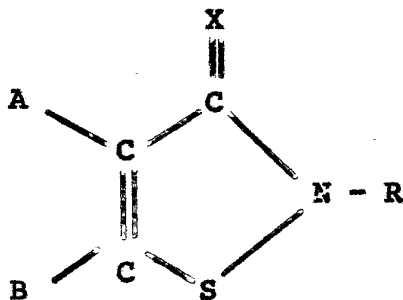
REIVINDICAÇÕES

- 1ª -

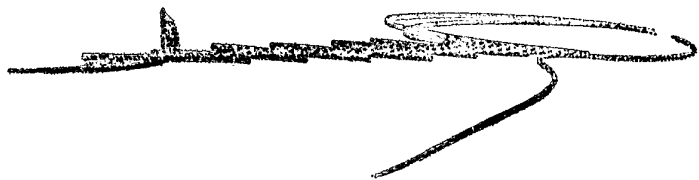
Processo para a preparação de um sólido em partículas caracterizado por se incorporar misturando 0,1 a 45% em peso de a) uma isotiazolinona ou um derivado de isotiazolo-tiona ou um seu complexo ou sal, e b) um sal inorgânico solúvel em água o qual não forma um sal insolúvel em água ou um complexo insolúvel em água com a referida isotiazolinona ou isotiazolotona ou um seu sal ou complexo.

- 2ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o componente a) ser um composto de fórmula geral:



- 20 -



ou um seu sal ou complexo

em que X é um átomo de oxigênio ou enxofre;

R é um átomo de hidrogênio, um grupo hidrocarbilo eventualmente substituído, um grupo hidrocarbilo-tio eventualmente substituído, um grupo hidrocarbilo-oxi eventualmente substituído ou um grupo carbamóilo;

A é um átomo de hidrogênio, um átomo de halogênio, um grupo ciano, ou um grupo hidrocarbilo eventualmente substituído;

D é um átomo de hidrogênio, um átomo de halogênio, um grupo ciano, ou um grupo hidrocarbilo eventualmente substituído; ou

A e D, em conjunto com os átomos de carbono aos quais estão ligados formam um anel pentagonal ou hexagonal que pode ser opcionalmente substituído.

- 3^a -

Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por o componente a) ser um sal de metal alcalino de 1,2-benzisotiazolin-3-ona.

- 4^a -

Processo de acordo com as reivindicações de 1 a 3, caracterizado por o componente b) ser um tampão tal que o pH, de uma solução aquosa obtida a partir do sólido, tenha um valor para o qual o componente a) seja solúvel e estável.

- 5^a -

Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado por o componente b) ser hidrogeno-fosfato de di-sódio.

- 6^a -

Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por incorporar o sal de sódio de 1,2-benzisotiazolin-3-ona, hidrogeno-fosfato de di-sódio, água e um agente despoeiador.

- 7^a -

Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado por se incorporar 25 a 40% em peso do sal de sódio

- 21 -

de 1,2-benzisotiazolin-3-ona; 20 a 35% em peso de hidrogeno fosfato de di-sódio; 20 a 40% em peso de água e 0,5 a 1,5% em peso de um agente de despoeiramento.

A requerente reivindica a prioridade do pedido britânico apresentado em 13 de Junho de 1989, sob o Nº 8913513.1

Lisboa, 12 de Junho de 1990

O AGENTE GERAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

A handwritten signature in black ink, consisting of several loops and a long horizontal stroke, positioned below the typed name of the agent.



R E S U M O

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO EM PARTÍCULAS SÓLIDAS CONTENDO ISOTIAZOLINONA OU DERIVADOS DE ISOTIAZOLO-TIONA"

A invenção refere-se a um processo para a preparação de um sólido em partículas que compreende incorporar-se misturando 0,1% a 45% em peso de a) uma isotiazolinona ou um derivado de isotiazolo-tiona ou um seu complexo ou sal, e b) um sal inorgânico solúvel em água o qual não forma um sal insolúvel em água ou um complexo insolúvel em água com a referida isotiazolinona ou isotiazolotiona ou um seu sal ou complexo.

•
•
•