

Señor

SUPERINTENDENTE DE INDUSTRIA Y COMERCIO

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

E. _____ S. _____ D. _____

Re: P1.-ROHM AND HAAS COMPANY.- Solicitud de Patente de
Invencción para "UN METODO PARA PREPARAR
CICLOPROPENOS".- Clase C.07.- Expediente número 01-
027.969.-

1. Me refiero al requerimiento hecho por ese Despacho notificado por fijación en lista de fecha 17 de Mayo de 2001.

2. Anexos me permito presentar a usted:

- (1) En original y dos copias, una de ellas de 6cm x 6cm, arte final de la formula química característica de la invención para la publicación en la Gaceta de la Propiedad Industrial;
- (2) Copia autentica, debidamente certificada de la solicitud de patente presentada para el invento arriba nombrado **respecto de la cual reclamo prioridad**, a saber la solicitud estadinense número 60/196.536[✓] de 11 de Abril de 2000, junto con su traducción correspondiente a las legalizaciones y reivindicaciones de dicho documento; y
- (3) Documento que acredita el traspaso que el autor del invento de la referencia hace a favor de mi representado, de sus derechos sobre el mismo, debidamente apostillado, junto con su traducción oficial No. 8247 correspondiente a las legalizaciones de dicho

23
20

documento, debidamente legalizada hasta por el Ministerio de Relaciones Exteriores de Colombia bajo el número 324064 de 24 de Abril de 2001.

3. Llamo la atención de ese Despacho al hecho que el arte final de la formula química característica de la invención no fue requerida por ese Despacho, pero igualmente está siendo presentada junto con este memorial.

4. Anexa también me permito presentar copia debidamente autenticada por el Notario Sexto del Circulo de Bogotá, de los documentos que acreditan la calidad de Traductor Oficial del señor Gabriel Rueda Chadid, quien elaboró la traducción de las legalizaciones y reivindicaciones de la solicitud estadinense número 60/196.536 de 11 de Abril de 2000.

5. Ruego a usted tomar atenta nota de lo anterior y proceder de conformidad.

Señor Superintendente,


JOSE ANTONIO LLOREDA
T.P. 10.784
Código 231



FORMATO DE DIGITALIZACION
RELACION DE ANEXOS



Royal
Technologies S.A.
Instituto Tecnológico de México

21

Expediente No		No de unidades	No de Folio
Item			✓
1	CD		
2	DVD		
3	REVISTA		
4	LIBRO		
5	PERIODICO		
6	DISQUETES		
7	SOBRE DE MANILA	1	✓
8	SOBRE BLANCO TAMAÑO CARTA		
9	SOBRE BLANCO TAMAÑO OFICIO		
10	OTROS:		

Observaciones:

Contiene Arte Final

EL SUSCRITO JEFE DEL AREA DE
LEGALIZACIONES DE MINISTERIO DE
RELACIONES EXTERIORES.

HACE CONSTAR

COMO NOTARIO SEXTO DE
SANTAFE DE BOGOTA
HAGO CONSTAR
QUE LA FOTOCOPIA CONCEDE CON LA FOTOCOPIA
AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA

13 DIC 2000

Que el señor Gabriel Rueda, se encuentra debidamente
registrado ante este Ministerio, como traductor e
intérprete oficial para los idiomas INGLES -ESPAÑOL,
ESPAÑOL - INGLES.

Para efectos de esta certificación el interesado presenta
copia autenticada de la copia autenticada del Ministerio de
Justicia acerca de la vigencia de su resolución 1982.

HAGO CONSTAR
QUE LA FOTOCOPIA CONCEDE CON LA FOTOCOPIA
AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA
SANTAFE DE BOGOTA
PABLO MENDEZ BAHAJAS

Dada en Santafé de Bogotá, D. C., a los nueve días
(19) del mes de diciembre de 1994.

Neibón Sánchez Torres
Jefe Área de Legalizaciones

NST/BLM

COMO NOTARIO SEXTO ENCARGADO DEL CIRCULO
DE SANTAFE DE BOGOTA, HAGO CONSTAR QUE
ESTA COPIA FOTOSTATICA CONCEDE CON EL ORIGINAL
QUE HE TENIDO A LA VISTA
01 JUL 1998

COMO NOTARIO SEXTO DE
SANTAFE DE BOGOTA
HAGO CONSTAR
QUE LA FOTOCOPIA CONCEDE CON LA FOTOCOPIA
AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA
18 ENE 2000



Ministerio de Justicia y del Derecho

EL SECRETARIO GENERAL DEL MINISTERIO DE JUSTICIA Y DEL DERECHO

CERTIFICA:

Que por Resolución 5996 del 29 de noviembre de 1982, le fue expedida licencia para ejercer funciones de Traductor e Intérprete Oficial en los idiomas INGLES-ESPAÑOL y ESPAÑOL-INGLES, GABRIEL RUEDA CHADID, identificado con la cédula de ciudadanía No. 17.124.145 expedida en Bogotá. Que la fotocopia que se encuentra vigente en la fecha.

A solicitud del interesado, en Bogotá, D.C. a los 17 días mes de noviembre de 1994.

JORGE LOIS SAJOGAL SAJOGAL

COMO NOTARIO SEXTO DE SANTAFE DE BOGOTA

HAGO CONSTAR

QUE LA FOTOCOPIA CONFORME CON LA FOTOCOPIA AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA

13 JUL 2000

JUAN RAMON

COMO NOTARIO SEXTO ENCARGADO DE SANTAFE DE BOGOTA

HAGO CONSTAR

QUE LA FOTOCOPIA CONFORME CON LA FOTOCOPIA AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA

SANTAFE DE BOGOTA

21 FEB. 2001

COMO NOTARIO SEXTO DE SANTAFE DE BOGOTA

HAGO CONSTAR

QUE LA FOTOCOPIA CONFORME CON LA FOTOCOPIA AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA

17 AGO. 1998

SANTAFE DE BOGOTA

PABLO MENDEZ

SECRETARIO GENERAL

2 JUSTICIA DE LA REPUBLICA DE COLOMBIA
ONCAJOL DE SANTAFE DE BOGOTA
DE SANTAFE DE BOGOTA
ESTA COPIA FOTOSTANCA CONFORME CON LA FOTOCOPIA AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA

HAGO CONSTAR

QUE LA FOTOCOPIA CONFORME CON LA FOTOCOPIA AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA

01 SET. 2000

COMO NOTARIO SEXTO DE SANTAFE DE BOGOTA

HAGO CONSTAR

QUE LA FOTOCOPIA CONFORME CON LA FOTOCOPIA AUTENTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA

SANTAFE DE BOGOTA

JUAN RAMON

24 27

TRIBUNAL SUPERIOR DEL DISTRITO JUDICIAL DE SANTAFÉ DE BOGOTÁ
SECRETARÍA GENERAL

LA SUSCRITA SECRETARÍA DEL H. TRIBUNAL SUPERIOR DEL DISTRITO JUDICIAL
DE SANTAFÉ DE BOGOTÁ,

COMO NOTARIO SEXTO DE
SANTAFÉ DE BOGOTÁ
HAGO CONSTAR
QUE LA FOTOCOPIA CONCIDE CON LA FOTOCOPIA
AUTÉNTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA
SANTAFÉ DE BOGOTÁ 13 DIC 2000

CERTIFICA:

Que el Acuerdo No. 183 de diciembre 3 de 1982 emanado de esta Corporación, por medio del cual dió posesión al señor CARLOS RUEDA CHADID, identificado con Cédula de Ciudadanía No. 124.115 de Bogotá, como TRADUCTOR E INTERPRETE OFICIAL DE ESPAÑOL-INGLES, en virtud de su posesión, es VIGENTE.

COMO NOTARIO SEXTO ENCARGADO
DE SANTAFÉ DE BOGOTÁ
HAGO CONSTAR
QUE LA FOTOCOPIA CONCIDE CON LA FOTOCOPIA
AUTÉNTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA
SANTAFÉ DE BOGOTÁ 01 SET 2000
21 SET 2000
21 AGO 1998

Se expide en Santafé de Bogotá D.C. a dieciseis (16) de noviembre
mil novecientos noventa y cuatro (1994).

MARIA INES RODRIGUEZ TORRES
SECRETARIA

COMO NOTARIO SEXTO ENCARGADO
DE SANTAFÉ DE BOGOTÁ
HAGO CONSTAR
QUE LA FOTOCOPIA CONCIDE CON LA FOTOCOPIA
AUTÉNTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA
SANTAFÉ DE BOGOTÁ 08 SET 1998

COMO NOTARIO SEXTO ENCARGADO
DE SANTAFÉ DE BOGOTÁ
HAGO CONSTAR
QUE LA FOTOCOPIA CONCIDE CON LA FOTOCOPIA
AUTÉNTICA QUE HE TENIDO A LA VISTA
SANTAFÉ DE BOGOTÁ 01 JUL 1998
06 EN 1999
12 JUL 1998

crm./

25 28

Rohm And Haas Company DKTA01027

REF: LLC-0031-2001. La presente es Traducción Oficial de un documento presentado originalmente en inglés. Esta traducción es elaborada por Gabriel Rueda Chadid (Traductor Oficial).

ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

A TODOS AQUELLOS QUE LLEGAREN A LEER EL CONTENIDO DEL

PRESENTE DOCUMENTO LES CERTIFICAMOS:

DEPARTAMENTO DE COMERCIO DE LOS ESTADOS UNIDOS

Oficina de Marcas y Patentes de los Estados Unidos

Julio 7, 2001

Se certifica que anexo se encuentra fiel copia de los Registros de la Oficina de Marcas y Patentes de los Estados Unidos correspondientes a los documentos de la patente solicitada y cuya identificación aparece más adelante, la cual cumplió con los requerimientos exigidos para que se otorgue una fecha de presentación de acuerdo con los dispuesto en la Sección 35 USC 111.

Número de Solicitud: 60/196.536

Fecha de presentación: Abril 11, 2000

Por autorización del

COMISIONADO DE MARCAS REGISTRADAS Y PATENTES

P. SWAIN

Funcionario Encargado de Certificaciones (Hay firma y sello)

GABRIEL RUEDA CHADID
TRADUCTOR OFICIAL
RESOLUCION 3996 DE NOV. 29-01
MINISTERIO DE JUSTICIA

26 78

PORTADA PARA LA SOLICITUD PROVISIONAL DE PATENTES

La presente solicitud de presentación de solicitud provisional de acuerdo con 37 CFR 1.53 (c)

Expediente No.: A01027

Indicar con un signo (+) dentro de esta casilla --> +

INVENTOR(ES)/SOLICITUD(ES)

Apellido	Primer Nombre	Lugar de Residencia (Ciudad y Estado o País)
Jacobson	Richard M.	11 Deerpath Road Chalfont, PA 18814

TITULO DEL INVENTO (280 caracteres máximo)

METODO PARA PREPARAR CICLOPROPENOS

DIRECCION DE CORRESPONDENCIA

ROHM AND HAAS COMPANY
Patent Department
100 Independence Mall West
Philadelphia, PA 19106-2399
ATENCION: Thomas D. Rogerson

Estado: PA Código: 19106-2399 País: USA

PARTES ADJUNTAS DE LA SOLICITUD (indicar lo que se aplica)

X Especificaciones Número de Páginas: 8

FORMA DE PAGO (Indicar)

X El Comisionado queda autorizado para cobrar los derechos de presentación y acreditar la cuenta No. 18-1850

DERECHOS PROVISIONALES DE PRESENTACION: \$ 150.00

Fue elaborado por una entidad del Gobierno de los Estados Unidos, o bajo contrato con entidades del Gobierno de dicho

país

X No.

Firmado, Fecha: 04/11/00

NOMBRE: STEPHEN T. FALK

No. de Registro: 36.785

OFICINA DE MARCAS Y PATENTES DE LOS ESTADOS UNIDOS

Expediente No.: A01027

TDR:bk

Presentación de nueva solicitud por parte de: Richard Martin
Jacobson

No. Serial Provisional: No está asignado aún

Unidad de Arte de Grupo: No está todavía asignada

Radiación: Adjunta

Examinador: No está todavía asignado

Para: METODO PARA PREPARAR CICLOPROPENOS

CASILLA: SOLICITUD PROVISIONAL DE PATENTES

Comisionado Asistente de Patentes

Washington, DC 20231

CERTIFICADO DE ENVIO POR CORREO EXPRESO

Certifico que los siguientes documentos en relación con la solicitud mencionada fueron depositados en el servicio postal de los Estados Unidos, correo Expreso "Oficina Postal al Destinatario" en Washington, D.C. 20231.

Fecha: Abril 11, 2000

Firmado

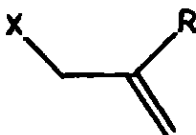
No. de Etiqueta de Correo Expreso de los Estados Unidos:

EK007307158US

31
28

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar un ciclopropeno, que comprende la combinación de un compuesto alilo de la formula:



donde:

X es un grupo saliente; y

R es hidrógeno o un grupo sustituido o insustituido alquilo, alquenilo, alquinilo, cicloalquilo, cicloalquilalquilo, fenilo o naftilo donde los sustitutos son independientemente halógeno, alcoxi o fenoxi sustituido o insustituido,

como una base fuerte no nucleofílica en un solvente inerte en presencia de una cantidad catalítica de una base no nucleofílica mas débil.

2. El método descrito en la reivindicación 1, donde X es halógeno, alquilo o aril sulfoniloxi, alquilo o aril sulfato, y alcoxi.

3. El método descrito en la reivindicación 1, donde X es cloro, bromo, yodo, bencenosulfoniloxi, p-toluenosulfoniloxi, metanosulfoniloxi, o t-butoxi.

4. El método descrito en la reivindicación 1, donde R es alquilo (C₁-C₁₀).

5. El método descrito en la reivindicación 1, donde la base fuerte es una sal metal alcalino de una amina o de una base organometálica.

6. El método descrito en la reivindicación 1, donde la base es mas débil es una amina de sililo o un disilizano.

7. El método descrito en la reivindicación 1, donde el solvente inerte es un hidrocarbano alifático o aromático, un éter, un hidrocarbano halogenado, amoniaco líquido, metilamina, o dimetilamina.

8. El método descrito en la reivindicación 1, donde el método mencionado comprende además la remoción del ciclopropeno que aparece en la mezcla de reacción, mediante el proceso de destilación.

9. El método descrito en la reivindicación 1, donde X es cloro o bromo, R es alquilo (C₁-C₁₀), la base fuerte es amida de sodio, la base mas débil es hexametildisilazano, y el solvente inerte es aceite mineral.

10. El método descrito en la reivindicación 9, donde R es metilo.

La anterior es Traducción Oficial de un documento presentado originalmente en inglés. Esta traducción fue realizada por GABRIEL RUEDA CHADID (Traductor Oficial). Resolución 5996 del Minjusticia, por lo cual estampo mi Sello y Firmo.

Bogotá D.C., Abril 16 del 2001.

PA 272135

THE UNITED STATES OF AMERICA

TO ALL TO WHOM THESE PRESENTS SHALL COME:

UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE

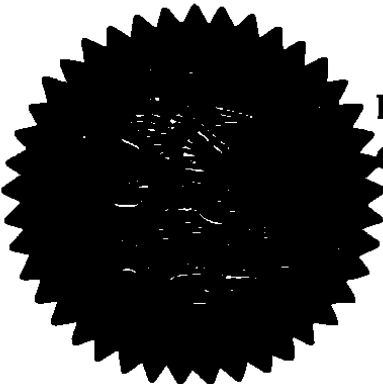
United States Patent and Trademark Office

July 07, 2000

THIS IS TO CERTIFY THAT ANNEXED HERETO IS A TRUE COPY FROM THE RECORDS OF THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE OF THOSE PAPERS OF THE BELOW IDENTIFIED PATENT APPLICATION THAT MET THE REQUIREMENTS TO BE GRANTED A FILING DATE UNDER 35 USC 111.

APPLICATION NUMBER: 60/196,536 ✓

FILING DATE: April 11, 2000



By Authority of the
COMMISSIONER OF PATENTS AND TRADEMARKS

P. Swain

P. SWAIN

Certifying Officer

04/11/00
JCS 781 U.S. PRO

04-12-00

PROVISIONAL APPLICATION COVER SHEET

This is a request for filing a PROVISIONAL APPLICATION under 37 CFR 1.53(c)

3A
31
A/P
JCS 781 U.S. PRO
04/11/00

Doclet Number	A01027	Type a plus sign (+) inside this box →
---------------	--------	--

INVENTOR(S)/APPLICANT(S)

LAST NAME	FIRST NAME	MI	RESIDENCE (CITY AND EITHER STATE OR FOREIGN COUNTRY)
Jacobson	Richard	M.	11 Deerpath Road Chalfont, PA 18914

TITLE OF INVENTION (280 CHARACTERS MAX)

A METHOD TO PREPARE CYCLOPROPENES

CORRESPONDENCE ADDRESS

ROHM AND HAAS COMPANY
Patent Department
100 Independence Mall West
Philadelphia, PA 19106-2399

ATTENTION: Thomas D. Rogerson

STATE	PA	ZIP CODE	19106-2399	COUNTRY	UNITED STATES OF AMERICA
-------	----	----------	------------	---------	--------------------------

ENCLOSED APPLICATIONS (Check all that apply)

☒ SPECIFICATION	Number of Pages [8]	☐ Small Entity Statement
☐ DRAWING(S)	Number of Sheets []	☐ Other (Specify) _____

METHOD OF PAYMENT (Check all that apply)

☐ A check or money order is enclosed to cover the Provisional filing fees	PROVISIONAL FILING FEE AMOUNT (\$)	\$150.00
☒ The Commissioner is hereby authorized to charge filing fees and credit Deposit Account Number. 18-1850		

The invention was made by an agency of the United States Government or under a contract with an agency of the United States Government.

No.
☐ Yes, the name of the U.S. Government agency and the Government contract number are: _____

Respectfully submitted,

SIGNATURE STEPHEN T. FALK DATE: 4/11/00
TYPED or PRINTED NAME STEPHEN T. FALK REGISTRATION NO.: 38,795

☐ Additional inventors are being named on separately numbered sheets attached hereto

PROVISIONAL APPLICATION FILING ONLY

Express Mail Label No. EK007307158US

35
32

PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Docket Number: A01027
TDR:bk

In re application of:
Richard Martin Jacobson

Provisional

Serial No: Not yet assigned : Group Art Unit: not yet assigned

Filed: Herewith : Examiner: not yet assigned

For: **A METHOD TO PREPARE CYCLOPROPENES**

BOX: PROVISIONAL PATENT APPLICATION
Assistant Commissioner of Patents
Washington, DC 20231

CERTIFICATE OF EXPRESS MAILING

Sir:

I hereby certify that the following correspondence is being deposited with the U.S. Postal Service as express mail in an envelope addressed to the Assistant Commissioner for Patents, Washington, D.C. 20231 on the date indicated next to my signature below:

Provisional Application Cover Sheet (in duplicate)
Provisional Application
Return Receipt Postcard

April 11, 2000
Date

Becky Knauth
Signature

U.S. Postal Service Express Mail Label No. EK007307158US

60196536-041100

36
33

60196536-041100

PATENT APPLICATION

OF

RICHARD MARTIN JACOBSON

FOR

**A METHOD TO PREPARE
CYCLOPROPENES**

DN: A01027

TDR/bk

U.S. Postal Service Express Mail Label No. EK007307158ÜA

A METHOD TO PREPARE CYCLOPROPENES

The present invention relates to a method to prepare cyclopropenes.

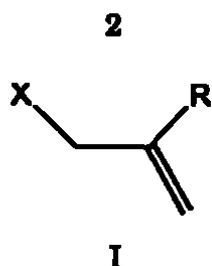
5 Cyclopropenes have a variety of uses in the chemical industry. One recent discovery is the ability of 1-methylcyclopropene, and related analogs, to inhibit the action of ethylene on plants (see U. S. Patent No. 5,518,988). Several syntheses for cyclopropene and its simple derivatives have been reported. The most widely practiced process is the sodium amide induced α -elimination of an allylic chloride (see F. Fisher and D. Applequist, *J. Org. Chem.*, 30, 2089 (1965)).
10 Unfortunately, this method suffers from relatively low yields, difficulty in purifying the final product, and the use of excess sodium amide. An improved synthesis of 1-methylcyclopropene incorporates the use of freshly prepared halide free phenyllithium as the base replacing sodium amide. This method provides overall yields in the 60 to 80 percent range (see R. Magid, et. al., *J. Org. Chem.*, 36, 1320 (1971)).
15 Similar synthesis methods are disclosed in U. S. Patent No. 6,017,849.

Although the reported reactions work reasonably well, a major problem often encountered is the presence of unwanted isomers such as methylene-cyclopropane in the final product mixture. Methods which improve the isomer ratio (that is, increased 1-methylcyclopropene compared to the methylene-cyclopropane often do so at the expense of overall yield of product (see Koster, et. al., *Liebigs Ann. Chem.*, 1219 (1973)). Because of these problems, there is still a need for a method to prepare 1-methylcyclopropene in high yield and in high
20 isomer purity. I have discovered that when a catalytic amount of certain weaker bases is added to the reaction mixture of a substituted or unsubstituted allyl halide and a strong base in an inert solvent, cyclopropenes, with greatly reduced unwanted isomer content, are produced in high yield.

The present invention, therefore, is a method to prepare cyclopropenes,
30 comprising combining an allyl compound of formula I:

50196536-041100

38
35



wherein:

X is a leaving group; and

R is hydrogen or a substituted or unsubstituted alkyl, alkenyl, alkynyl, cycloalkyl, cycloalkylalkyl, phenyl, or naphthyl group; wherein the substituents are independently halogen, alkoxy, or substituted or unsubstituted phenoxy;

with a non-nucleophilic strong base in an inert solvent in the presence of a catalytic amount of a weaker, non-nucleophilic base.

As used herein, the term "alkyl" means both straight and branched chain (C₁-C₂₀) radicals which include, for example, methyl, ethyl, n-propyl, isopropyl, 1-ethylpropyl, n-butyl, tert-butyl, isobutyl, 2,2-dimethylpropyl, pentyl, octyl, and decyl. The terms "alkenyl" and "alkynyl" mean (C₂-C₂₀) alkenyl and alkynyl groups such as, for example, 2-propenyl, 2-butenyl, 3-butenyl, 2-methyl-2-propenyl, and 2-propynyl. The term "cycloalkylalkyl" means a (C₁-C₁₅) alkyl group substituted with a (C₃-C₆) cycloalkyl group such as, for example cyclopropylmethyl, cyclopropylethyl, cyclobutylmethyl, and cyclopentylethyl. The term "haloalkyl" means an alkyl radical wherein one or more of the hydrogen atoms have been replaced by a halogen atom. The term "halogen" means fluorine, chlorine, bromine, and iodine. The term "strong base" means a non-nucleophilic base with a pK_a greater than 35. The term "weaker base" means a non-nucleophilic base with a pK_a of from 26 to 35, or the conjugate acid thereof. The term "inert solvent" means a solvent which does not react with the strong base, the weaker base, the allyl halide, or the resulting cyclopropene.

As used herein, all percentages are percent by weight, unless otherwise specified and are inclusive and combinable. All ratios are by weight and all ratio ranges are inclusive and combinable. All molar ranges are inclusive and combinable.

50196536-041100

Preferably, X is a leaving group selected from halogen, alkyl or aryl sulfonyloxy, alkyl or aryl sulfate, and alkoxy. More preferably, X is chloro, bromo, iodo, benzenesulfonyloxy, p-toluenesulfonyloxy, methanesulfonyloxy, or t-butoxy. Even more preferably, X is chloro, bromo, or benzenesulfonyloxy. Most preferably, X is chloro or bromo.

Preferably, R is (C₁-C₁₀) alkyl. More preferably, R is (C₁-C₆) alkyl. Most preferably, R is methyl.

Preferably, the inert solvent is an aliphatic or aromatic hydrocarbon such as, for example, mineral oil, benzene, toluene, or xylene; an ether such as, for example, diethyl ether, tetrahydrofuran, or dioxane, a halogenated hydrocarbon such as, for example perhaloalkanes or methylene chloride, liquid ammonia, or lower alkyl amine or lower dialkyl amine such as, for example, methylamine or dimethylamine. More preferably, the solvent is an aliphatic or aromatic hydrocarbon. Most preferably, the solvent is mineral oil. The solvent may be a mixture of more than one inert solvent.

Preferably, the strong base is an alkali metal salt of an amine or an organometallic base. More preferably, the strong base is sodium, potassium, or lithium amide or phenyllithium. Most preferably, the strong base is sodium amide. The strong base may be a mixture of more than one strong base. The amount of strong base used in the method will vary depending upon the weaker base used, the inert solvent, and the temperature at which the reaction is conducted. Preferably, the amount of strong base used is from 0.1 to 20 moles per mole of allyl compound of formula I. More preferably the amount of strong base used is from 0.5 to 2 moles per mole of allyl compound of formula I. Most preferably, the amount of strong base used is from 0.7 to 1.4 moles per mole of allyl compound of formula I.

Preferably, the weaker base is soluble in the inert solvent. More preferably, the weaker base is a silyl amine, a disilazane, their cyclic analogs, mixed cyclic silazane/ether analogs, or metal salts thereof. Even more preferably, the weaker base is a silyl amine or a disilazane. Still more preferably, the weaker base is a dialkyl- or trialkyl, diaryl- or triaryl, or mixed

EO196536-041100

alkyl/aryl silyl amine; a tetraalkyl-, pentaalkyl- or hexaalkyl, tetraaryl-,
pentaaryl-, or hexaaryl, or mixed alkyl/aryl disilazane; or their cyclic analogs.
Still more preferably, the weaker base is 1,1,1-triphenylsilylamine, tri-n-
hexylsilylamine, 1,1,1,3,3,3-hexamethyldisilazane; 1,1,3,3-
5 tetramethyldisilazane, 2,2,4,4,6,6-hexamethylcyclotrisilazane,
octamethylcyclotetrasilazane, hexaethyldisilazane, 1,3-di-n-
octyltetramethyldisilazane, or 2,2,5,5-tetramethyl-2,5-disila-1-azacyclopentane.
Most preferably, the weaker base is hexamethyldisilazane. The weaker base can
be a mixture of more than one weaker base. The amount of weaker based used
10 in the method of this invention will vary depending upon the strong based used,
the inert solvent used, and the temperature at which the reaction is conducted.
Preferably, the amount of weaker base used is from 0.001 to 0.95 moles per mole
of strong base used. More preferably, the amount of weaker base used is from
0.02 to 0.4 moles per mole of strong base. Most preferably, the amount of
15 weaker base used is from 0.02 to 0.2 moles per mole of strong base.

The order of addition of the reactants to the solvent is not critical.
However, it is preferred that the allyl compound of formula I is added last to a
mixture of the other components. Most preferably, the allyl compound is added
slowly to a mixture of the other components.

20 The temperature at which the method of this invention is carried out is
not critical. However, because cyclopropenes are reactive compounds, care must
be taken to ensure either a) that the temperature is kept below that at which
decomposition or side reactions occur, or b) the cyclopropene produced must be
removed from the reaction mixture as it is being produced, or a combination of a)
25 and b). Preferably, the cyclopropene produced will be distilled from the reaction
mixture and collected in a cooled receiver as it is produced. For lower boiling
cyclopropenes, the temperature is preferably greater than or equal to the boiling
point of the cyclopropene and the cyclopropene is distilled from the reaction
mixture as it is being produced. For higher boiling cyclopropenes, the
30 temperature is preferably less than the decomposition temperature of the
cyclopropene.

E0106536-041100

Preferably, the reaction mixture is stirred or otherwise agitated and/or sparged or purged with an inert gas during the reaction. Preferably the inert gas is nitrogen. More preferably, and particularly in the case of lower boiling cyclopropenes, the agitation rate is sufficiently high to ensure that the cyclopropene distills from the reaction mixture as soon as possible after being formed. Fast removal of the cyclopropene from the reaction mixture reduces production of side products such as alkylidenecyclopropanes and teleomers.

The pressure at which the reaction is conducted is also not critical. Ambient pressure is preferred. However, pressure or vacuum may be utilized to affect the relative boiling points of the cyclopropene produced and the inert solvent to aid in separation of the cyclopropene from the reaction mixture.

The method of this invention is illustrated by the following examples and comparative examples. In the following examples, all percentages and parts are by weight.

Preparation of 1-methylcyclopropene with catalysis:

Into a 1000 ml 4 necked round bottomed flask equipped with an internal thermometer, overhead stirring, a pressure equalizing addition funnel and a condenser was added 109 g (2.79 moles) of commercial sodium amide and 110 ml of light mineral oil. The flask was heated, via an external bath, to 45 °C internal temperature whereupon 4.2 g (0.08 moles) of hexamethyldisilazane was added. Over the course of 50 minutes, 202 g (2.23 moles) of 3-chloro-2-methylpropene was slowly added. The gas that was evolved was ducted through the condenser and then scrubbed with water and finally condensed in a dry ice cooled trap. Yield was 39.3g of 1-methylcyclopropene contaminated with 1.5 percent of methylenecyclopropane and 8 percent of 3-chloro-2-methylpropene starting material. A simple distillation of the product gave a final product containing less than 0.1 percent 3-chloro-2-methylpropene.

Preparation of 1-methylcyclopropene in the absence of catalyst:

Into a 1000 ml 4 necked round bottomed flask equipped with an internal thermometer, overhead stirring, a pressure equalizing addition funnel and a condenser was added 33.4 g (0.856 moles) of commercial sodium amide and 100

00196533-041100

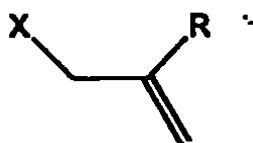
A2
39

ml of light mineral oil. The flask was heated, via an external bath, to 45 °C internal temperature. Over the course of 90 minutes, 36.7 g (0.405 moles) of 3-chloro-2-methylpropene was slowly added. No gas was evolved indicating either a) no 1-methylcyclopropene was produced or b) any 1-methylcyclopropene which was produced decomposed or engaged in further reaction(s).

001140-98596109

We claim:

1. A method to prepare a cyclopropene, comprising combining an allyl compound of the formula:



5 wherein:

X is a leaving group; and

R is hydrogen or a substituted or unsubstituted alkyl, alkenyl, alkynyl, cycloalkyl, cycloalkylalkyl, phenyl or naphthyl group wherein the substituents are independently halogen, alkoxy, or substituted or unsubstituted phenoxy;

with a non-nucleophilic strong base in an inert solvent in the presence of a catalytic amount of a non-nucleophilic, weaker base.

2. The method of claim 1, wherein X is halogen, alkyl or aryl sulfonyloxy, alkyl or aryl sulfate, and alkoxy.
3. The method of claim 1, wherein X is chloro, bromo, iodo, benzenesulfonyloxy, p-toluenesulfonyloxy, methanesulfonyloxy, or t-butoxy.
4. The method of claim 1, wherein R is (C₁-C₁₀) alkyl.
5. The method of claim 1, wherein the strong base is an alkali metal salt of an amine or an organometallic base.
6. The method of claim 1, wherein the weaker base is a silyl amine or a disilazane.
7. The method of claim 1, wherein the inert solvent is an aliphatic or aromatic hydrocarbon; an ether, a halogenated hydrocarbon, liquid ammonia, methylamine, or dimethylamine
8. The method of claim 1, wherein the method further comprises removing the cyclopropene from the reaction mixture by distillation.
9. The method of claim 1, wherein X is chloro or bromo, R is (C₁-C₁₀) alkyl, the strong base is sodium amide, the weaker base is hexamethyldisilazane, and the inert solvent is mineral oil.
10. The method of claim 9, wherein R is methyl.

50196536-041100

44
41

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

The present invention relates to a method to prepare cyclopropenes.

00196536.041100

TRADUCCION OFICIAL NO. 8247

De un documento escrito en inglés.

=====

Legalizaciones de un traspaso de patente a ROHM AND HAAS COMPANY con certificado notarial, escritos ambos simultáneamente en inglés y en español.

El certificado notarial está firmado por Catherine B. Boccuti y tiene el siguiente sello de caucho: Sello Notarial – Catherine B. Boccuti, Notario Público - Municipio de Lower Gwynedd, Condado de Montgomery - Mi Comisión Expira en Noviembre 12 de 2002 – Miembro de la Asociación de Notarios de Pennsylvania-

Sello en relieve: Catherine B. Boccutti – Notario Público - Estado de Pennsylvania

=====

APOSTILLA

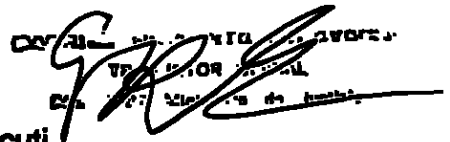
(Convención de La Haya de octubre 5 de 1961)

1. País: Estados Unidos de América

Este Documento Público

2. ha sido firmado por

Catherine B. Boccuti

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'C. Boccuti', is written over a circular notary stamp. The stamp contains the text 'NOTARIO PUBLICO' and 'Catherine B. Boccuti'.

3. actuando en su condición de Notario Público, Condado de Montgomery

4. tiene el sello de CatherineB. Bocutti, Notario Público Estado de Pennsylvania

A7
43

CERTIFICADO

5. en Harrisburg, Pennsylvania

6. el día 14 de Marzo de 2001

7. por Kim Pizzingrilli, Secretario de Estado de Pennsylvania

8. No. 0108193

9. Sello/estampilla: Sello en relieve, estampado sobre lámina de papel metalizado:

Secretaría de Estado -.Pennsylvania - con escudo en el centro.

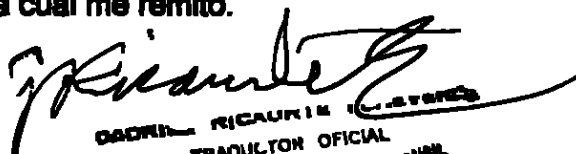
10. Firma: Firmado: Kim Pizzingrilli

=====

Es traducción fiel y competa, de la cual queda copia en el archivo de esta oficina de traducciones para su confrontación, a la cual me remito.

Derechos de traducción: \$13.300

Bogotá, D.C., 22 de abril de 2001


RICARDU RICAU RIN
TRADUCTOR OFICIAL
Cep. 8887 Ministerio de Justicia

=====

BO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO
2001 APR 24 15:20
JEFE DE LEGALIZACIONES
SALTAPE DE BOGOTA D.C.

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES
22.374064
COYA FIRMA APARECE EN EL
DOCUMENTO DESEMPESA
LAS FUNCIONES INDICADAS

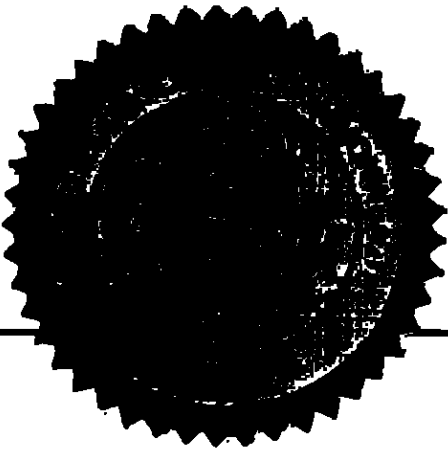
APOSTILLE

(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

1. Country: United States of America
2. This public document has been signed by Catherine B. Boccuti
3. acting in the capacity of Notary Public, Montgomery County
4. bears the seal/stamp Catherine B. Boccuti, Notary Public, Commonwealth of Pennsylvania

Certified

5. at Harrisburg, Pennsylvania
6. The 14th day of March, 2001
7. by Kim Pizzingrilli, Secretary of the Commonwealth of Pennsylvania
8. No. 6106193
9. Seal/Stamp
10. Signature:



Kim Pizzingrilli

Kim Pizzingrilli

ASSIGNMENT

We, the undersigned

Nosotros, los abajo firmados

Richard Martin Jacobson
Citizen of the United States of AmericaRichard Martin Jacobson
Ciudadano de Estados Unidos de América

respectively domiciled in

11 Deerpath Road Chalfont, PA 18914
in the state of Pennsylvania, United States
of Americadomiciliado en
11 Deerpath Road Chalfont, PA 18914
en el Estado de Pennsylvania,
Estados Unidos de Américastate under oath to be
the sole and true inventors
of A Method to Prepare Cyclopropenesdeclaro bajo juramento ser único
y verdadero inventor de**"UN METODO PARA PREPARAR CICLOPROPENOS"**We state as well, that we
assign, without reservations
or limitation, in favor ofDeclaro asimismo que cedo y
transfiero, sin reserva ni
limitación, a favor de la sociedadROHM AND HAAS COMPANY, a corporation
organized under the laws of the State of
Delaware, United States of America,ROHM AND HAAS COMPANY, una corporación
organizada bajo las leyes del Estado de
Delaware, Estados Unidos de América.domiciled in
Independence Mall West, Philadelphia,
State of Pennsylvania,
United States of Americadomiciliada en
Independence Mall West, Philadelphia,
Estado de Pennsylvania,
Estados Unidos de Américaall rights inherent to said
invention, and that the
above mentioned Company
hereby is enabled to apply,
in its name, for the
corresponding patent in
COLOMBIAtodos los derechos inherentes a
dicha invención y que la citada
sociedad queda facultada para
solicitar en su nombre la patente
correspondiente, para COLOMBIA
Richard Martin Jacobson

(Legalization Necessary)

28

CERTIFICADO NOTARIAL
(Persona Natural)

Estados Unidos de América)
Estado de) SS:
Condado de)

A los días del mes de
2000

comparecí personalmente ante mí,
Notario Público en y por el
condado arriba mencionado,

de mi conocimiento, doy fe, como
así también de que me consta que
la persona descrita en el
documento de la vuelta y
que lo ha firmado y que declara
ante mí que otorga el mismo para
los fines y propósitos que en él
se expresan.

Notary Public
(Notario Público)

Catherine B. Boccuti

NOTARIAL CERTIFICATE
(Individual)

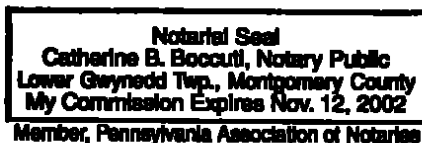
United States of America) DN# A01027
State of Pennsylvania) SS: COLUMBIA
County of Bucks)

On this 7 day of July
2000

personally appeared before me, a
Notary Public, in and for the above
mentioned county,

Richard Martin Jacobson

to me known and known to me to be
the person described in and who
executed the foregoing document,
and duly acknowledged to me that
executed same for the uses and
purposes therein expressed.



2do. EXAMEN DE FORMA PATENTE DE INVENCION

Folio ~~50~~

Radicación no 01-27969

Concepto Técnico no 1678 Clasificación Internacional de Patentes: C 07 C 13/04

Practicado el examen de acuerdo a lo establecido en el Art. 38 de la Decisión 486 se determinó que esta solicitud de Patente de Invención:

- | | |
|--|--|
| SI ☒] NO ☐] | Contiene un resumen de la invención (Art.26-e). |
| SI ☒] NO ☐] | Contiene el título o nombre de la invención (Art.27-d). |
| SI ☒] NO ☐] | Contiene la descripción de la invención (Art.26-b). |
| SI ☐] NO ☐] | NO ES APLICABLE ☒ Contiene los dibujos necesarios para comprender la invención (Art.26-d) |
| SI ☒] NO ☐] | Contiene una o más reivindicaciones. (Art.26-c). |
| SI ☐] NO ☒] | NO ES APLICABLE ☐ Han sido desarrollados los productos y/o procedimientos a partir de recursos genéticos o de sus productos derivados de los que cualquiera de los Países Miembros es país de origen. (Art. 26- h). |
| SI ☐] NO ☒] | NO ES APLICABLE ☐ Los productos y/o procedimientos han sido obtenidos o desarrollados a partir de los conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas, afroamericanas, o locales de los países miembros, de acuerdo a lo establecido en la Decisión 391 y sus modificaciones y reglamentaciones vigentes.(Art.26-i). |
| SI ☐] NO ☒] | La invención se refiere a un producto relativo a un material biológico. (Art.26-J). |
| SI ☒] NO ☐] | NO ES APLICABLE ☐ La prioridad coincide con la materia reivindicada. |
| SI ☒] NO ☐] | CUMPLE LOS REQUISITOS TÉCNICOS |

OBSERVACIONES Y OTROS:

EXAMINADOR TÉCNICO
202043

Bogotá D. C., 2002-04-23

2020
Bogotá D.C.

Doctor
JOSÉ ANTONIO LLOREDA
Apoderado

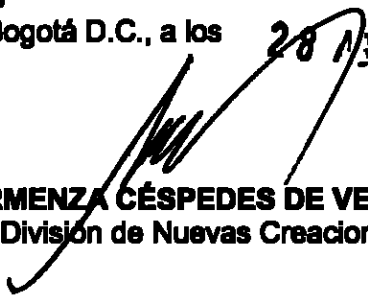
REFERENCIA:	Radicación No.	01-27969
	Trámite	002
	Evento	001
	Actuación	416
	Oficio No.	1678
	Folios	001

Teniendo en cuenta que la solicitud de privilegio de patente que se tramita bajo el expediente indicado en la referencia, reúne los requisitos de forma establecidos en los artículos 26 y 27 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, y en las demás disposiciones vigentes sobre la materia, se envía el extracto de la solicitud a la Oficina de Comunicaciones para efecto de su publicación en la Gaceta de Propiedad Industrial, conforme lo establece el artículo 40 de la misma Decisión.

Cúmplase

Dado en Bogotá D.C., a los

28 / 30. 2002


ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de la División de Nuevas Creaciones

Bogotá, DC, El extracto de esta solicitud fue publicado en el número de
la Gaceta de Propiedad Industrial, de fecha . El término hábil señalado por la
ley expiró el y SI ____ NO ____ se presentaron oposiciones por parte de terceros.