



288370

288370

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "Un método de obtención de Multitrifluometilanilidas"-  
a favor de Don Herbert Christian SECKER, de nacionalidad  
norteamericana, domiciliado en 1, Bridle Way, HO-HO-KUS  
(New Jersey, Estados Unidos de América del Norte).

-----

MEMORIA DESCRIPTIVA

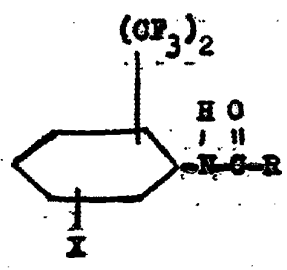
La presente invención tiene por objeto un nuevo método  
de obtención de compuestos Multitrifluometilanilidas. Más  
específicamente, se refiere a un método de preparación de  
compuestos que tienen a lo menos dos grupos trifluometil en  
5 la porción anilida de la molécula.

En años recientes hubo una demanda de un germicida de  
larga duración que pudiera emplearse con eficacia en mate-  
riales fibrosos, tales como ropa, cuero, papel, y similares,  
así como en materiales plásticos del tipo de la goma, polie-  
10 tileno, poliuretano, nylon, y similares. Esto significa que  
el germicida debe ser difícil de lixiviar y así ser sumamen-  
te efectivo en la destrucción de hongos y bacilos. Los com-



puestos de anilida germicidas que tienen un solo grupo tri-  
fluometil son ya conocidos, pero estos materiales poseen ex-  
cesiva solubilidad para cualquier aplicación industrial y  
casera.

5 Según esta invención, una serie de nuevos compuestos  
han sido preparados los cuales cumplen los requerimientos  
antes manifestados y que no son excesivamente costosos para  
difundirlos en usos comerciales. Estos compuestos tienen la  
fórmula empírica general siguiente:

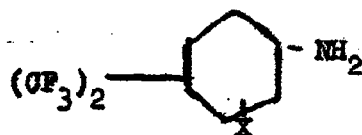


10 en la cual X es un sustituyente de la clase consistente de  
hidrógeno,  $CF_3$ , halógeno, tal como cloro, bromo, yodo y  
flour, y  $R_1CF_3$  en la cual  $R_1$  es un grupo alquil que tiene  
de 1 a 4 átomos de carbono, y R es un radical de la clase  
consistente de sustituidos e insustituidos grupos alquilo,  
15 arilo, alcarilo y aralquilo, teniendo no más que 12 átomos  
de carbono. Por ejemplo, R puede ser un grupo bencilo, un  
grupo fenilo, un grupo salicílico, o también un grupo con-  
teniendo uno o tres sustituyentes, tal como OH, halógeno  
(por ejemplo, cloro, bromo, yodo, flour),  $CH_3$ ,  $C_2H_5$ ,  $C_3H_7$ ,  
20  $C_4H_9$ ,  $C_5H_{11}$ , o  $(CH_2)_nCH_3$ , en el cual n es un número entero  
que tiene un valor hasta 5,  $-COONa$ ,  $-COOK$ ,  $NO_2$ , y similares,  
o R puede ser un grupo alquilo tal como  $CH_3$ ,  $C_2H_5$ ,  $C_3H_7$ ,  
 $C_4H_9$ ,  $C_5H_{11}$ , o  $(CH_2)_{11}CH_3$ , o  $(CH_2)_nCH_3$ , en el cual n es un  
número entero que tiene un valor hasta 11, cuyo último  
grupo alquilo puede ser sustituido con uno o más sustituyen-

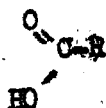


tes tales como halógenos (por ejemplo, cloro, bromo, yodo, fluor), OH, NO<sub>2</sub>, CF<sub>3</sub>, COONa, COOK, y similares.

El método de obtención de compuestos bistrifluometilánilidas de la presente invención consiste en condensar, en presencia de un agente de condensación, una bistrifluometilánilida teniendo la fórmula:



en la cual X es un sustituyente de la clase que consiste de hidrógeno, -CF<sub>3</sub>, halógeno, tal como cloro, bromo, yodo, y fluor, y R<sub>1</sub>CF<sub>3</sub> en la que R<sub>1</sub> es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, con un ácido que tiene la fórmula general:



en la cual R es un radical de la clase que consiste de grupos alquilo, arilo, aralquilo y alcarilo sustituidos e insustituidos teniendo no más que 12 átomos de carbono; en refluir la mezcla durante la condensación hasta que todo el cloruro de hidrógeno es sustancialmente suprimido, cesando de generarse; en adicionar agua luego y hacer la mezcla ligeramente alcalina, separando el agua por destilación de un inerte, compuesto volátil inmiscible, absorbedor de agua, tal como clorobenceno; y recuperación del bistrifluometilánilida del residuo.

E J E M P L O

3',5' Bistrifluometilsalicilánilida

Cuarenta y seis partes en peso de 3',5' bistrifluometilánilina y veintiocho partes de ácido salicílico son adiciona-



das a 450 partes de clorobenceno, y 12 partes de tricloruro de fósforo son entonces adicionadas con 1 parte de cloruro aluminico. La mezcla es refluída hasta que cesa de generarse cloruro de hidrógeno, después de lo cual se adiciona agua y la mezcla se hace alcalina con fosfato trisódico. El clorobenceno es destilado a vapor de la mezcla y el producto es separado por filtración.

Pueden obtenerse productos similares empleando, por ejemplo, 2-cloro-3,5-bistrifluometilanhilina y ácido trifluoacético para producir 2-cloro-3,5-bistrifluometil trifluoacetanilida.

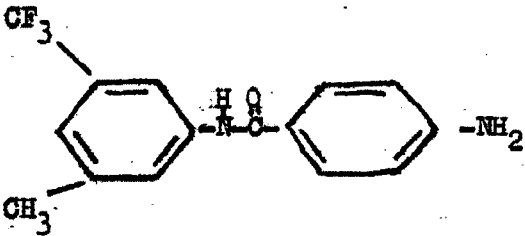
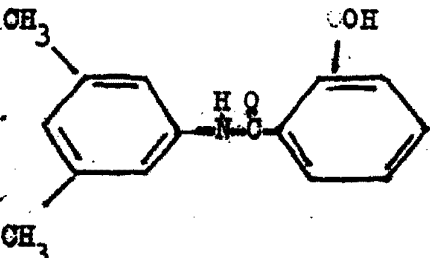
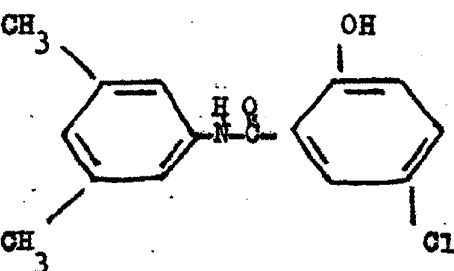
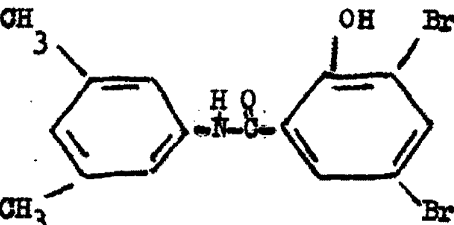
Ejemplos de tales compuestos obtenidos por el método de la presente invención comprenden 3-halo-2',5'-bistrifluometilanilida, nitrosaliciol-3',5'-bistrifluometilanilida, 2-halo-3,5-bistrifluometil acetanilida, 3,5-bistrifluometil fluopropionil anilida, 2',3',5' tristrifluometil salicilanilida, y los similares.

Los compuestos de la presente invención han sido probados por actividad antimicrobial como sigue:

Se hicieron una serie de disoluciones con cada germicida y cada igual concentración fué probada en triplicado contra el microorganismo designado en un medio de caldo nutriente para determinar la concentración mínima requerida para impedir el desarrollo del microorganismo. La presencia o ausencia de desarrollo fué determinado por la evolución de una niebla o nubes en el de otro modo claro medio de desarrollo, y no se hizo ningún intento para determinar si el microorganismo fué muerto o simplemente detenido en su desarrollo.

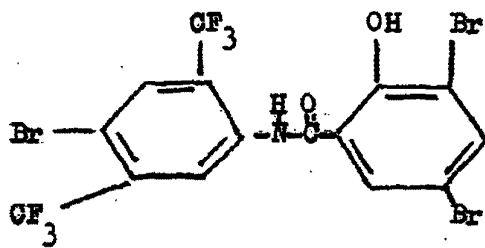
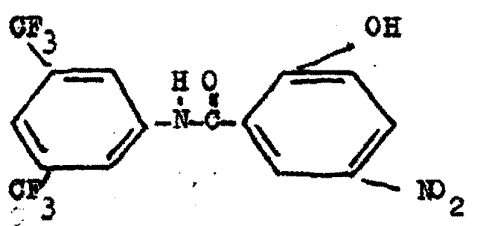
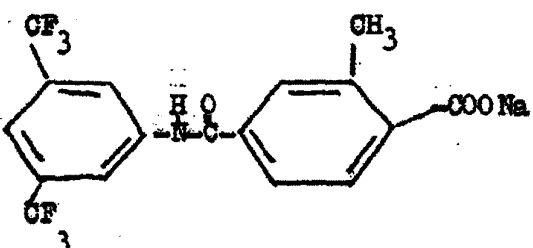
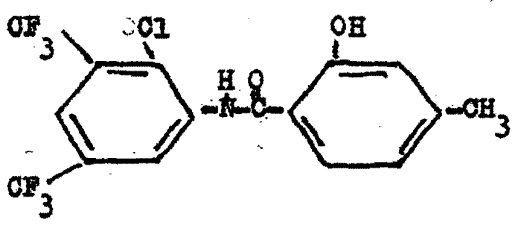
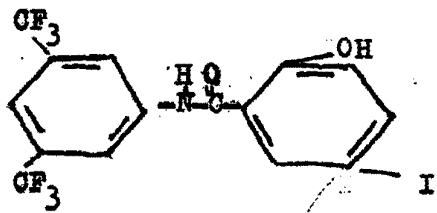


TABLA 1 288370

Compuesto	Solubilidad			Inhibición Actividad anti- microbial	
	Agua	Alcohol	Polie- tilen- glicol	S.Au- reus	S.Choc- lorae- suis
1. 	Muy se- mi- solu- ble	Semi- solu- ble	Solu- ble	0.4	0.4
2. 	"	"	"	0.2	0.3
3. 	"	"	"	0.1	0.2
4. 	"	"	"	0.1	0.2

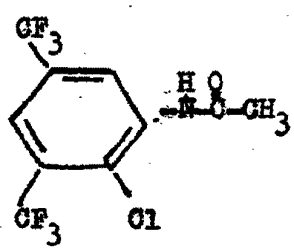
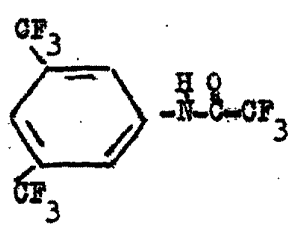
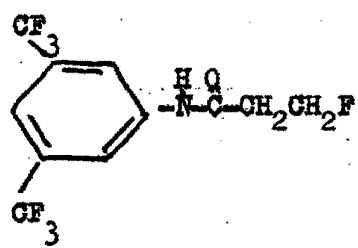
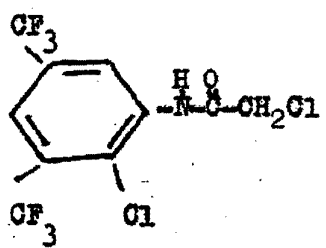
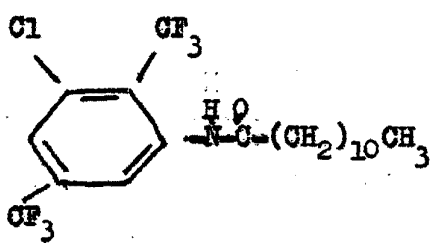


T A B L A 1 (sigue) 288370

Compuesto	Solubilidad			Inhibición	
	Agua	Alcohol	Etilen-glicol	S.Au-reus	S.Cho-lorae-suis
5. 	Muy semi-soluble	Semi-soluble	Soluble	0.1	0.2
6. 	"	"	"	0.1	0.1
7. 	Semi-soluble	"	Semisoluble	0.4	0.5
8. 	"	"	Soluble	0.3	0.3
9. 	Muy semi-soluble	"	"	0.1	0.2

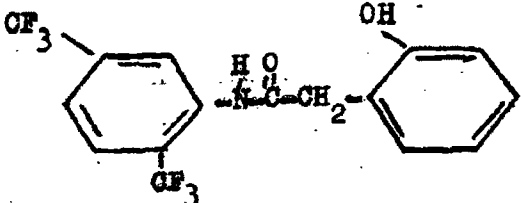


T A B L A 1 (sigue) 288370

Compuesto	Solubilidad			Inhibición Actividad anti- microbial	
	Agua	Alcohol	Poli- tilen- glicol	S.Au- reus	S.Cho- lorae- suis
10. 	Inso- luble	Semiso- luble	Semiso- luble	0.4	0.4
11. 	"	"	"	0.2	0.2
12. 	"	"	"	0.8	0.8
13. 	"	"	"	0.4	0.4
14. 	"	Soluble	Soluble	0.9	0.9



T A B L A 1 (sigue)

Compuesto	Solubilidad			Unhibición Actividad anti- microbial	
	Agua	Alcohol	Polie- tilen- glicol	S.Au- reus	S.Cho- lorae- suis
15. 	Insoluble	Soluble	Soluble	0.8	0.9

La Tabla 1 dá una lista de varios compuestos hechos de acuerdo con el método de la presente invención, así como algunas de sus propiedades, y su actividad antimicrobial contra el S. Aureus y el S. Choloraesuis.

Estos compuestos han sido establecidos para ser excelentes a prueba de moho y agentes germicidas para materiales fibrosos tales como paño, cuero, papel, madera y similares. El tratamiento de los materiales fibrosos puede hacerse con una solución o dispersión del germicida en un medio líquido, partiendo de aproximadamente 0.001 por cien a 0,05 por cien o aún 0,5 por cien, o tanto como 5,0 por cien en peso del germicida en el material fibroso.

Los germicidas obtenidos por el método de la presente invención también pueden ser incorporados en plásticos, tales como goma, polietileno, polistireno, poliuretano, nylon, y similares composiciones plastiformes y elastofórmes, haciendo tal incorporación en una cantidad de 0.001 a 0.05 por cien o aún 0.1 por cien, o tanto como 0.5 por cien y 5.0 por cien en el baño en que son mezclados o amasados antes de la vulcanización extrusión u otra operación formadora.

26



288370

• 9 •

Los compuestos obtenidos por el método de la presente invención son particularmente valiosos en detergentes y composiciones detergentes de tocador, alrededor de 0,001 a 0,01 por cien en peso y alrededor de 0,5 o aún 1,0 por cien, 2 por cien, 5 por cien o hasta 10 por cien. Pueden mezclarse en jabones de tocador comerciales, tales como el neutral de elevado grado de sales de sodio y potasio de ácidos grasos del sebo, aceite de oliva, aceite de palma, y similares, sobre o con jabones sintéticos no detergentes, es decir no iónico, aniónico o catiónico.

El término "detergente" aquí empleado comprende los ácidos grasos del sebo, así como detergentes sintéticos, y otros detergentes, tales como sulfato de un alcohol graso, amidas de un ácido graso, tripolifosfatos de sodio, y combinaciones de los mismos. El término "jabón de tocador" que aquí se emplea también es empleado en su significado popular, ese es, aquellas composiciones empleadas para limpiar la piel y preparadas de un compuesto metal alcalino, tal como hidróxido de potasio o sodio y una grasa o ácido graso, ambos saturados e insaturados. Las composiciones aquí descritas también comprenden otros agentes antisépticos, emolientes, ablandadores de agua, antioxidantes, colorantes, perfumes, aditivos "cold cream", y similares.

Los compuestos germicidas obtenidos por el método de la presente invención pueden emplearse con detergentes aniónicos, tal como sulfato hexadecílico de sodio, o con detergentes catiónicos, como por ejemplo dimetilstearamidapropil-2-hidroxietil fosfato de amonio e hidrógeno, o con detergentes no iónicos, tal como polioxipropileno polioxietil

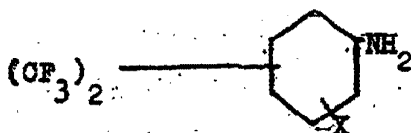


leno condensados, solos o mezclados con otros detergentes antes emmerados. También son efectivos en polvos limpiadores, detergentes quitamanchas, y similares.

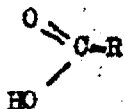
NOTA

5 Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

1.- Un método de obtención de Multitrifluometilamidas, caracterizado por el hecho de que consiste en condensar en presencia de un agente de condensación, una Multitrifluo-  
10 metilamida que tiene la fórmula:



15 en la cual X es un sustituyente de la clase que consiste de hidrógeno, -CF<sub>3</sub>, halógeno, tal como cloro, bromo, yodo y fluor, y R<sub>1</sub>CF<sub>3</sub> en la que R<sub>1</sub> es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, con un ácido que tiene la fórmula general:



20 en la cual R es un radical de la clase que consiste de grupos alquilo, arilo, aralquilo y alcarilo sustituidos e insustituidos teniendo no más que 12 átomos de carbono; en refluir la mezcla durante la condensación hasta que todo el cloruro de hidrógeno cesa de generarse; en adicionar agua luego y hacer  
25 la mezcla ligeramente alcalina, separando el agua por desti-

288370



- 11 -

lación de un inerte, compuesto volátil inmiscible, absorbedor de agua, tal como clorobenceno; y recuperación del Multitri-fluometilánilida del residuo.

5 2.- Un método tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que el Multitri-fluometilánilida obtenido es un bistrifluometilánilina.

3.- Un método tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que el ácido es ácido salicílico.

10 4.- Un método tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que el ácido es un ácido alifático.

5.- Un método tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que el Multitri-fluometilánilida es 3,5,bis (bistrifluometil) anilina.

6.- "Un método de obtención de Multitri-fluometilánilidas".

Consta la presente memoria descriptiva de once hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 16 de Mayo de 1963.

P. p. de Don Herbert Christian STECKER,

J. BONET DEL RIO  
P. F.