

320712



PATENTE DE INVENCION

Le A 9164-Sp.

*Memoria Descriptiva*

*sobre*

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE IMIDAZOLONAS N,N'-DI-SUSTITUIDAS".

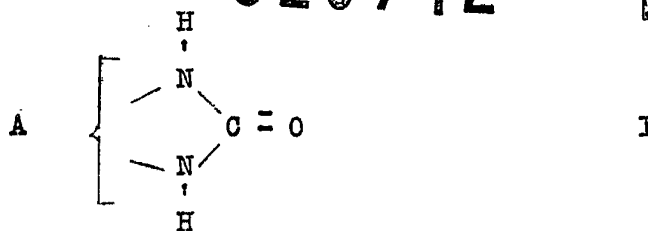
*Solicitante:* FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

-----

El objeto de la presente invención es un procedimiento para la obtención de imidazolonas N,N'-disustituidas. Este procedimiento consiste en que las imidazolonas de fórmula

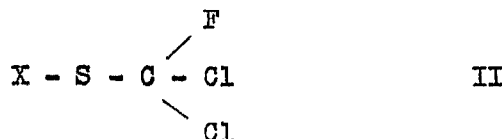


320712



en la cual A significa un resto fenileno, un resto naftileno o un resto heterocíclico, que puede estar sustituido por restos alifáticos que contienen cloro, nitro y/o 1 hasta 4 átomos de carbono, se hacen reaccionar con halogenuros sulfenílicos de fórmula

5.



en la cual X significa cloro o bromo, en proporción molar de 1 a 2 como mínimo.

Representativos de los compuestos de fórmula I son por ejemplo la bencimidazolona, la 4-metilbencimidazolona, la 5-metilbencimidazolona, la 5-etilbencimidazolona, la 5-nitrobencimidazolona, la 5-clorobencimidazolona, las naftilenúreas, la urea, la 8-oxipurina y la quinoxalinoimidazolona. Como halogenuros sulfenílicos de fórmula II entran en consideración el cloruro fluordiclorometanosulfenílico y el bromuro fluordiclorometanosulfenílico.

10.

15.

20.

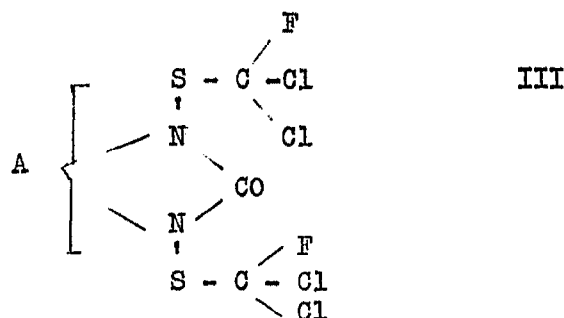
La reacción se efectúa convenientemente en presencia de aceptores de ácido, por ejemplo en presencia de aminas terciarias, tales como trietilamina, en un disolvente orgánico inerte, tal como benceno, clo-



robenceno, acetona, éter dietílico y dioxano, a temperaturas entre 10 y 100°C, preferentemente entre 20 y 50°C.

Las imidazolonas N,N'-disustituídas obtenidas según el procedimiento de la presente invención, que corresponden a la fórmula

5.



en la cual A tiene el significado arriba indicado, poseen un efecto microbicida sorprendentemente elevado, especialmente contra las bacterias, funges del moho

10.

y levaduras. Se emplean especialmente con excelente resultado para aprestar antimicrobially los más distintos materiales de origen natural y sintético, por ejemplo textiles, cueros, papel, caucho, poliuretanos y cloruro polivinílico. La cantidad necesaria en cada

15.

caso de imidazolonas N,N'-disustituídas se pueden determinar fácilmente mediante ensayos previos; por lo general son suficientes cantidades de 0,2 hasta 2,0 %, referido al peso del material a aprestar. El aprestado antimicrobial se puede realizar en forma en sí conocida,

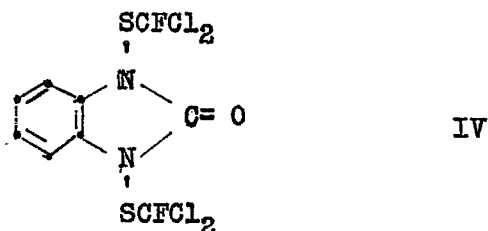
20.

por ej. impregnando los materiales con soluciones de las imidazolonas N,N'-disustituídas en disolventes orgánicos o con dispersiones acuosas de las imidazolonas, o elaborando las imidazolonas en los materiales.



Ejemplo 1

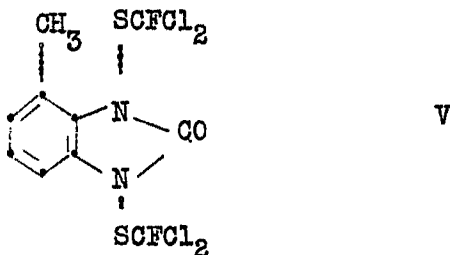
Una solución de 26,8 g de bencimidazolona y 68 g de cloruro fluordiclorometansulfenílico en 250 ml de benceno se mezcla gota a gota con 50 g de trietilamina, dejando que la temperatura suba hasta unos 50°C. Después se enfría la mezcla de reacción. La solución se filtra de la sal trietilamínica precipitada y el filtrado se concentra por evaporación en vacío. El residuo se trata con poco metanol, a continuación se aspira y se seca. La bencimidazolona N,N'-disustituída, obtenida en una cantidad de 27 g, de fórmula



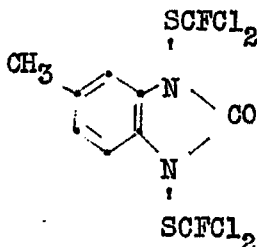
tiene el punto de fusión 167,5°C.

Ejemplo 2

Se procede como se describe en el ejemplo 1, pero en lugar de 26,8 g de bencimidazolona, se emplean 29,6 g de 4-metilbencimidazolona o 29,6 g de 5-metilbencimidazolona. Se obtiene así la imidazolona N,N'-disustituída de fórmula



del punto de fusión 118°C en una cantidad de 24 g ó  
bién la imidazolona N,N'-disustituída de fórmula



VI

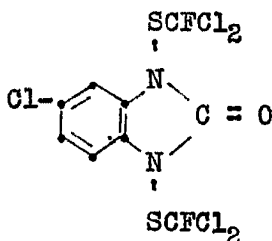
del punto de fusión 105 hasta 110°C en una cantidad  
de 36 g.

5. Ejemplo 3

Una solución de 33,6 g de 5-clorobencimidazolona y 68 g de cloruro fluordiclorometanosulfenilico en 250 ml de benceno se mezcla a temperatura ambiente gota a gota con 45 g de trietilamina, dejando que la temperatura suba a unos 60°C. La mezcla de reacción se agita aún durante unos 10 minutos y después se enfría, la solución se filtra del hidrocioruro trietilamínico precipitado y se concentra por evaporación en vacío. Se obtienen 72 g de la bencimidazolona N,N'-disustituída de fórmula

10.

15.



VII

en forma de un aceite viscoso.

Ejemplo 4

Durante la fabricación de papel de embalaje se rocía sobre la tira de papel entre la parte de tamizado y de secado una solución al 0,5 % de la imidazolona

20.



5. N,N'-disustituída descrita en el ejemplo 1 en glicol etílico, de manera que el papel de embalaje seco contenga 0,5 % de imidazolona. El papel de embalaje así tratado demuestra ser resistente al moho, también al almacenarse húmedo.

10. Si se colocan pequeñas muestras del papel de embalaje así tratado sobre cuencos de agar, que están inyectados con fungos de moho, por ejemplo con *Aspergillus terreus* y *Paecilomyces*, entonces ni aún después de incubar durante semanas son recubiertas por los hongos, sino que más bien se mantienen rodeados de zonas de inhibición que tienen 2 hasta 4 mm de ancho.

Ejemplo 5

15. Se mezclan elastómeros de poliuretano, en el transcurso de la fabricación usual, con 1 % del compuesto imidazolónico N,N'-disustituído descrito en el ejemplo 1. Las juntas de tuberías que a continuación se fabrican de elastómeros de poliuretano demuestran ser resistentes a las bacterias y a los hongos que producen la putrefacción en la tierra.

20. Las muestras de los elastómeros obtenidos, colocados en cuencos de agar que están inyectados con hongos tales como *Aspergillus terreus* y *Chaetomium globosum*, ó con bacterias tales como *Bct. proteus*, *Bct. coli*, *B. mesentericus*, *Pseudomonas fluorescens* y *Stc. aureus*, muestran zonas de inhibición de crecimiento de 1 hasta 8 mm.

Ejemplo 6

30. Durante la fabricación usual de revestimiento para pisos se le agrega a la masa emplastecedora preparada a base de poliuretanos 0,5 % del compuesto de imidazolona

- 7  
320712



N,N'-disustituído descrito en el ejemplo 1. El revestimiento del piso posee entonces un fuerte efecto antimicrobial, especialmente también contra fungus tales como *Trichophyton mentagrophytes* y contra levaduras o bacterias tales como *Candida albicans* y *Staphylococcus aureus* que frecuéntemente se presentan junto con los fungus.

5.

Colocando muestras de la masa emplastecedora en cuencos de agar, que están inyectados con los microorganismos mencionados, se obtienen los siguientes halos de inhibición:

10.

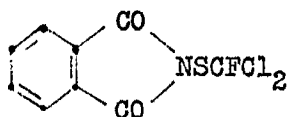
	<u>Trichophyton mentagrophytes</u>	<u>Candida albicans</u>	<u>Staphylococcus aureus</u>
Halos de inhibición en mm	12	2	1

15.

En lugar del compuesto imidazolónico N,N'-disustituído del ejemplo 1 empleado en los ejemplos 4 hasta 6, se puede utilizar con igual éxito también uno de los compuestos N,N'-disustituídos de los ejemplos 2 y 3.

20.

Ya se conoce el emplear para el apresto antimicrobial el compuesto de fórmula



VIII

25.

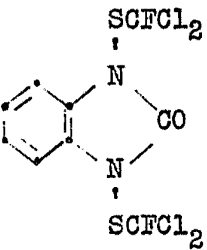
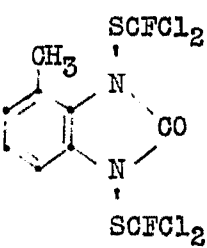
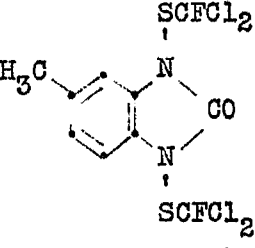
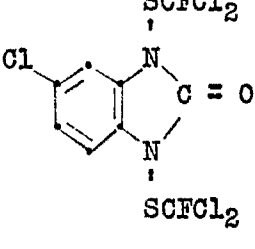
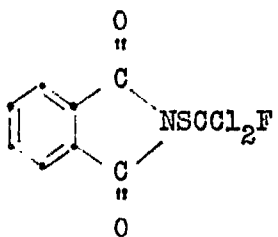
En comparación con este compuesto se caracterizan los compuestos de la presente invención por un grado de eficacia sorprendentemente más fuerte. Esto se desprende de la tabla a continuación sobre los valores de inhibición recíprocos de las concentraciones límite para *Aspergus niger*, *Bct.coli* y *Bct. proteus* en sus caldos de cultivo óptimos para cada caso.

320712



T A B L A

Medio antimicrobial	Valor inhibidor recíproco de las concentraciones límite en:		
	Asperg. niger	Bct.coli	Bct. proteus

	> 75000	4000	> 75000
	> 20000	20000	11000
	> 20000	14000	20000
	> 60000	10000	> 60000
	8000	4000	5000

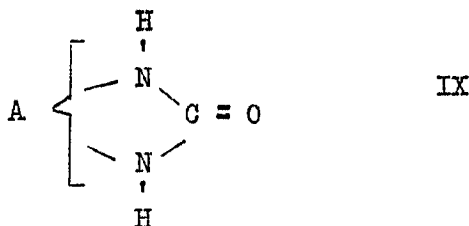


NOTA

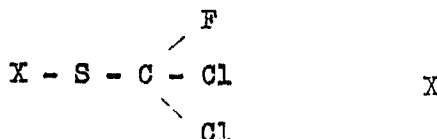
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente

- 5. indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha y número siguientes 16 de diciembre de 1964, nº F 44 728 IVd/12p,
- 10. acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "Procedimiento para la obtención de imidazolonas N,N'-disustituídas"; caracterizándose por lo siguiente:
- 15.

1.- Procedimiento para la obtención de imidazolonas N,N'-disustituídas, caracterizado porque imidazolonas de fórmula



- 20. en la cual A significa un resto fenileno, un resto naftileno o un resto heterocíclico, que puede estar sustituido por restos alifáticos que contienen cloro, nitro y/o hasta 4 átomos de carbono, se hacen reaccionar con halogenuros sulfenilicos de fórmula



320712



en la cual X significa cloro o bromo, en proporción molar de 1 a 2 como mínimo.

- 2.- Procedimiento para la obtención de imidazolonas N,N'-disustituídas; tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria.
- 5.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

14 DIC 1965

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI  
Firmado F. Hernández Ruiz