

330180

P-32.767

Nº 98966

U.S. 479.622 IJCAMS)



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 12 de agosto de 1.966, con el número 330.180

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de ROHM & HAAS COMPANY, entidad norteamericana establecida en Independence Mall West, Filadelfia, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR EL CRECIMIENTO DE LAS BACTERIAS EN UNA DISPERSION POLIMERICA ACUOSA"

---

Este invento se refiere a agentes de conservación antibacterianos para diversos tipos de dispersiones polimericas acuosas. Mas particularmente, se refiere a la utilización de acrilonitrilo y de lactonitrilo como agentes antibacterianos en diversas dispersiones poliméricas acuosas.

5

Consecuentemente, el presente invento crea un procedimiento para reducir el crecimiento de las bacterias en una dispersión polimérica acuosa, caracterizado por incorporar en dicha dispersión, en una cantidad suficiente para reprimir el crecimiento de las bacterias, un compuesto que consiste en acrilonitrilo o en

10



lactonitrilo.

Muchas emulsiones y dispersiones poliméricas acuosas son utilizadas industrialmente, por ejemplo en los campos textil, del papel, farmacéutico, de cosméticos, de recubrimientos y de pinturas. Estas industrias y muchas otras utilizan grandes cantidades de dichas emulsiones y dispersiones que, desde luego, necesitan el almacenamiento de dichas emulsiones durante diferentes períodos de tiempo. Es bien conocido que estas dispersiones soportan el crecimiento de bacterias y de hongos que llevan a cabo su deterioro y/o cambios en sus características físicas o en las características de productos que contienen dichas dispersiones y emulsiones. Esto es una fuente de gran pérdida económica que ha causado el consumo de grandes cantidades de tiempo y de grandes sumas de dinero para investigar métodos de contrarrestar los estragos de dichas bacterias y hongos.

Aunque diversos tipos de agentes bacterianos han sido utilizados como agentes de conservación para las diversas dispersiones poliméricas antes de este invento, todos han tenido serios defectos bajo las condiciones de utilización. El formaldehído pierde su eficacia después de solamente un período de tiempo relativamente corto. Se desarrolla color en la dispersión cuando se utilizan fenoles clorados. La "Halina", 1,3-dicloro-5,5-dimetilhidantoina, tiene propiedades bactericidas al introducirlo en un sistema de emulsión polimérica; sin embargo, su eficacia se disipa rápidamente y no protegerá contra una subsiguiente contaminación. La 3,5-dimetil-tetrahidro-1,3,5,2H-tiadiazina-2-tiona



es degradada a compuestos de azufre de olor fétido.

Los compuestos mercúricos son tóxicos para los animales superiores y pueden ser inactivados. Compuestos tales como hexametenotetramina cuaternizada y 6-acetoxi-  
5 2,4-dimetil-m-dioxano, conocido comunmente como " Dioxin ", están extremadamente limitados en su eficacia cuando están presentes emulsificadores aniónicos en las emulsiones de polímeros. Se ha mostrado que en algunos casos la utilización de una cantidad relativamente grande de estos  
10 agentes proporcionará una adecuada protección bactericida, pero entonces se comunican propiedades indeseables al material que está siendo tratado. Es bastante evidente que ha habido una necesidad perentoria de un agente de conservación bactericida para emulsiones poliméricas  
15 que fuese efectivo en niveles relativamente bajos de concentración. Los compuestos del presente invento cum- plimentan esta necesidad reduciendo adecuadamente el crecimiento de las bacterias. El término "reducir" ha de ser considerado como cualquier medio que afecte des-  
20 favorablemente la existencia o crecimiento de las bacterias. Esto se puede efectuar por acción mortífera, por inhibición, por una reducción en el número, control por bacteriostasis o cualquier combinación de estas. Los compuestos útiles en este invento están fácilmente dis-  
25 ponibles y las clases comerciales son aceptables. Pueden ser preparados por medios bien conocidos en la técnica.

El acrilonitrilo de la fórmula  $H_2C = CHCN$  puede ser obtenido por la deshidratación de etileno cianohidrina, utilizando un catalizador apropiado  
30 tal como polvo de aluminio. El acrilonitrilo tiene un



punto de ebullición de 77,5°C.

5 El lactonitrilo de la fórmula  $\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CN}$  puede ser preparado haciendo reaccionar cianuro de hidrógeno con acetoaldehído en la presencia de un catalizador apropiado. Es un líquido amarillo con un punto de ebullición de 182 a 184°C.

10 Cualquiera de estos compuestos, o cualquier combinación de ellos, puede ser incorporado en una dispersión polimérica acuosa en una cantidad igual a 0,01 a 1,0%, preferiblemente 0,025 a 0,25%, del peso de la dispersión total. La cantidad utilizada deberá ser escogida de manera que comunique acción de conservación sin cambiar las características físicas de dicha dispersión polimérica acuosa.

15 Las dispersiones y emulsiones poliméricas acuosas del presente invento se utilizan en diversos recubrimientos que contienen como constituyente polimérico homopolímeros y copolímeros de:

20 1) ésteres de vinilo, tales como acetato de vinilo;

2) ésteres de ácido acrílico y ésteres de ácido metacrílico tales como acrilato de etilo y metacrilato de butilo;

25 3) dienos alifáticos tales como butadieno, isopreno y cloropreno, y

4) monómeros insaturados diversos tales como estireno, vinil-tolueno, acrilonitrilo, metacrilonitrilo y ácidos insaturados.

30 Los agentes antibacterianos de este invento son particularmente eficaces en cualquier sistema



5 polímero en el que hay radicales acrilato, tales como los derivados al menos en parte de los ácidos acrílico y metacrílico, sus amidas y sus diversos ésteres. Dichas emulsiones que contienen acrilato están descritas en las patentes USA números 2.795.564 y 3.157.562. Estas dispersiones acuosas contienen usualmente uno o más emulsificadores del tipo aniónico, catiónico o no iónico.

10 El procedimiento del presente invento esta mostrado en los siguientes ejemplos que están dados a título de ilustración y no a título de limitación.

#### Ejemplo 1

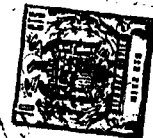
15 Los compuestos de este invento, junto con nitrilos de estructura química similar, fueron evaluados en cuanto a su capacidad para reprimir el crecimiento de las bacterias en dispersiones poliméricas acuosas tal como se muestra en la Tabla I. En este  
20 ensayo, se utilizó una emulsión polimérica acuosa (designada emulsión A) en la que el polímero era un copolímero de acrilato de etilo, metacrilato de metilo y ácido itaconico y el emulsificador es octilfenoxi-polietoxietanol no iónico. Este compuesto de ensayo fué  
25 añadido a la emulsión en una concentración de 0,2% del peso total de la emulsión. Las mezclas de emulsiones y compuestos de ensayo fueron inoculadas entonces con una muestra de emulsión que no contenía agente de conservación en la cual la flora bacteriana había sido dejada  
30 crecer. Las muestras fueron almacenadas a 25°C. y obser



vadas en cuanto a la presencia de bacterias después de 10 días y después de 1 mes. Los Ensayos que no mostraron bacterias al final del primer mes fueron nuevamente inoculadas y nuevamente observados 10 días y un mes más tarde, y se repitió el proceso. Se considera que existe una represión verdadera cuando no sobreviven bacterias. Una supervivencia de unos pocos cientos de bacterias indica una represión esencialmente completa pero muestra que la acción bacteriana del agente está debilitándose. Un valor de 10.000 o más bacterias supervivientes se considera un fallo del agente en proporcionar una acción de conservación. Las diversas clases de bacterias presentes no eran conocidas de forma precisa pero se pensaba que predominaban los miembros de las familias Pseudomonadaceae y Achromobacteriaceae.

TABLA I  
CONTROL BACTERIANO EN LA EMULSION A CON DIVERSOS  
COMPUESTOS EN UNA CONCENTRACION DE 0,2%

	BACTERIAS SUPERVIVIENTES/ML.	
	TIEMPO DESPUES DE LA PRIMERA INOCULACION	
<u>COMPUESTO</u>	<u>10 DIAS</u>	<u>1 MES</u>
Acrilonitrilo	15	0
Lactonitrilo	60	0
25 Crotonitrilo	5*	0*
Adiponitrilo	2,5 millones(*)	
Succinonitrilo	1 millón*	
Hidracionitrilo	(cubierto con mohos)	3,2 millones
Butironitrilo	3 millones*	
30 (*) Esporas de mohos también presentes.		



TIEMPO DESPUES DE LA SEGUNDA INOCULACION

	<u>COMPUESTO</u>	<u>10 DIAS</u>	<u>1 MES</u>
	Acrilonitrilo	0	0
	Lactonitrilo	0	0
5	Crotonitrilo	2,9 millones	3,2 millones

TIEMPO DESPUES DE LA TERCERA INOCULACION

	<u>COMPUESTO</u>	<u>10 DIAS</u>	<u>1 MES</u>
	Acrilonitrilo	0	0
10	Lactonitrilo	300	0

La Tabla I muestra bastante graficamente la excelente acción de conservación que se puede obtener en una emulsión polimérica acuosa por utilización de los compuestos del presente invento. Las sobresalientes propiedades bactericidas del acrilonitrilo y del lactonitrilo son especialmente sorprendentes a la luz del hecho de que otros nitrilos estrechamente relacionados no muestran ninguna represión de bacterias apreciable en la emulsión polimérica acuosa.

20 Ejemplo 2

Los compuestos del presente invento fueron evaluados en cuanto a su capacidad para reprimir el crecimiento de las bacterias en concentraciones variables en la emulsión polimérica acuosa utilizada en el ejemplo 1 (Emulsión A), tal como se muestra en la Tabla II. El compuesto de ensayo fué añadido a la emulsión en una concentración de 0,025, 0,05 y 0,1% del peso total de la emulsión. Las mezclas de emulsión y compuesto de ensayo fueron inoculadas entonces con una muestra de la Emulsión A que no contenía agente de conservación



en que la flora bacteriana había sido dejada crecer. Las muestras fueron almacenadas a 25°C. y fueron observadas en cuanto a la presencia de bacterias después de 10 días y después de 1 mes.

5

TABLA II

CONTROL BACTERIANO EN LA EMULSION A

BACTERIAS SUPERVIVIENTES/ML DE  
EMULSION DESPUES DE

10	<u>COMPUESTO</u>	<u>CONCENTRACION(%)</u>	<u>10 DIAS</u>	<u>1 MES</u>
	Acrilonitrilo	0,025	100	3,8 millo- nes
		0,05	0	0
15		0,1	0	0
	Lactonitrilo	0,025	0	0
		0,05	0	0
		0,1	0	0

20 Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el día 13 de agosto de 1965, bajo el núm. 479.622, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

30



19

5 1.- Un procedimiento para reducir el crecimiento de las bacterias en una dispersión polimérica acuosa, caracterizado, por incorporar en dicha dispersión, en una cantidad suficiente para reprimir el crecimiento de las bacterias, un compuesto que consiste en acrilonitrilo o lactonitrilo.

10 2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicho compuesto está presente en una cantidad de 0,01% a 1,0% del peso de dicha dispersión.

3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que dicho compuesto está presente en una cantidad de 0,025% a 0,25% del peso de dicha dispersión.

15 4.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 caracterizado por el hecho de que dicha dispersión es una emulsión que contiene acrilato.

20 .5.- Un procedimiento para reducir el crecimiento de las bacterias en una dispersión polimérica acuosa.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.



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

Madrid, 19 MAY. 1911.

P.A.

Alberto de Estrada  
por Madrid

fb.