

343065

1 a



343065

343065

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: DIVERSEY DEVELOPMENT LIMITED

RESIDENCIA: Cockfosters Road, Cockfosters, Barnet,
Hertfordshire, INGLATERRA.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION
DE UNA COMPOSICION DE MATERIA YODO Y
UNO O MAS AGENTES SUPERFICIALMENTE
ACTIVOS".

Prioridad: Patente británica n.º 31.643/66 del 14-7-66

R/G.

-1-

**POOR
QUALITY**



343065

14

1 Este invento se refiere a composiciones que contienen yodo, de particular utilidad como agentes sanitarios para uso industrial.

5 Durante muchos años el yodo ha sido conocido como un agente bactericida de amplio espectro, muy potente. No se desactiva rápidamente, como ocurre con los hipocloritos, en presencia de materia orgánica. El uso de soluciones de yodo en el trabajo de desinfección ha sido popular debido a las propiedades auto-indicadoras del compuesto; el color ca
10 racterístico desaparece por completo en una solución que ha perdido su actividad. También se ha hallado que las soluciones de yodo son bastante efectivas sin recurrir a temperaturas elevadas.

15 A pesar de todos estos hechos en favor del uso de yodo, el empleo de yodo elemental tiene un gran número de inconvenientes. Así, en contacto con la piel o el tejido animal, el yodo no combinado actúa como irritante fuerte, produciendo eventualmente graves lesiones si se deja en contacto. También es sabido que el yodo se volatiliza muy fácilmente de sus soluciones. Este proceso se acelera grandemen
20 te a temperaturas elevadas. Los humos producidos son muy tóxicos cuando se inhalan y peligrosos para los ojos y las membranas mucosas de la nariz. Esta propiedad hace imposible el empleo de soluciones templadas o calientes sin utilizar complicadas precauciones de seguridad.

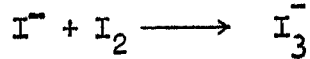
25 El yodo solo es escasamente soluble en agua. Así, una solución saturada de yodo en agua contendrá solamente una baja proporción de yodo disponible para fines bactericidas. Debido a la estabilidad del ion I_3^- , sin embargo, el yodo es
30 muy soluble en soluciones de yoduro:



343065

26 DIC 1957

1



5

Este equilibrio está muy desplazado hacia la derecha en solución acuosa. El ion I_3^- está en forma de complejo poco estable y todo el yodo elemental que participa en este equilibrio puede considerarse "disponible".

10

No obstante, el uso de este equilibrio para obtener una solución acuosa que contenga yodo disponible es considerado pródigo y costoso; costoso porque los yoduros son productos químicos caros que tienen que ser utilizados a una concentración igual a la mitad de la concentración molar de yodo y pródigo porque el yoduro no contribuye nada al poder bactericida de la composición.

15

Otro inconveniente grave en el empleo de las soluciones de yodo es su tendencia a manchar intensamente los tejidos, la piel y las telas, inmediatamente después del contacto.

20

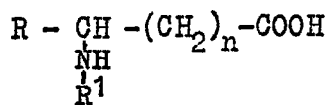
Otro requerimiento de una solución de yodo, si ha de ser un bactericida eficaz, es que debe de tener poder detergente y penetrante. Esto solamente puede ser conseguido mediante la adición de ciertos agentes superficialmente activos puesto que el yodo reacciona con algunos agentes superficialmente activos y se desactiva.

25

Un objeto del presente invento es proporcionar una composición que contenga yodo en la que se reducen o eliminan los inconvenientes citados.

30

De acuerdo con el invento, se proporciona una composición de materia que contiene yodo y 1 o más agentes superficialmente activos de fórmula:



343065



1 en la que el grupo R representa un átomo de hidrógeno o un
grupo alquilo que contiene de 1 a 8 átomos de carbono, el
grupo R¹ representa una cadena hidrocarbonada que puede ser
5 insaturada y contiene de 1 a 20 átomos de carbono o un gru-
po aralquilo o cicloalquilo que contiene dicha cadena y n
es un número entero de 1 a 5. De preferencia, R¹ represen-
ta una cadena alquílica grasa que contiene de 6 a 18 átomos
de carbono.

10 Los agentes superficialmente activos anfóliticos pre-
feridos que forman complejos con el yodo de acuerdo con el
invento son aquéllos en los que el grupo R representa un
grupo alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, en
particular un grupo metilo. Preferiblemente el grupo R¹ re-
15 presenta un grupo alquílico del coco, que de hecho es una
mezcla de grupos alquílicos grasos que contienen de 6 a 18
átomos de carbono. Los compuestos preferidos son aquéllos
en los que n es 1, 2 o 3.

20 En las composiciones del invento, la proporción en pe-
so entre el agente superficialmente activo y el yodo está
comprendida entre 1:2 y 100:1, de preferencia entre 1:2 y
5:1 en peso.

25 Las composiciones según el invento son, en general,
insolubles en agua y sólo parcialmente solubles en los di-
solventes miscibles con el agua como metanol e isopropanol.
Además, cuando las soluciones en disolventes orgánicos se
diluyen con agua, se produce una solución amarilla turbia
y un precipitado negro (de yodo). Este resultado también se
obtiene con disolventes no polares.

30 Para su uso, las composiciones de anfólito-yodo del
invento se disuelven, en general, en agentes superficialemen

343065

14



1 te activos aniónicos para dar una solución que es miscible
con el agua y que puede ser diluída con agua indefinidamen-
te sin que el yodo precipite. Son ejemplos de tales agentes
superficialmente activos el aceite de castor sulfatado o
5 sulfonatado y las sales de los sulfatos de éter de hidrocar-
buros parafínicos, tal como las sales de metales alcalinos.
También pueden emplearse los sulfatos de éteres alquilarfí-
cos en forma de sus sales.

Según una realización particular del invento la compo-
10 sición incluye un agente superficialmente activo aniónico.

Para utilizar las composiciones del invento pueden
ser solubilizadas también mediante ciertos agentes superfi-
cialmente activos catiónicos y no iónicos. Los agentes super-
ficialmente activos catiónicos incluyen los compuestos de
15 fórmula $NR_1R_2R_3R_4X$, en la que uno o dos de los grupos $R_1 -$
 R_4 representan radicales hidrocarbonados alifáticos de cade-
na larga de 8 a 20 átomos de carbono y dos o tres de los
grupos $R_1 - R_4$ representan grupos alquilo de 1 a 9 átomos
de carbono como metilo, etilo o bencilo; y X representa un
20 anión. Son ejemplos de estos compuestos los haluros de al-
quiltrimetilamonio. Otros ejemplos de agentes superficial-
mente activos catiónicos adecuados son los haluros de al-
quil-piridinio y haluros de alquil-quinoldinio.

Los agentes superficialmente activos no iónicos ade-
25 cuados incluyen los siguientes:

1. Condensados de alcohol graso y óxido de etileno.
2. Condensados de alquilfenol y óxido de etileno.
3. Condensados de óxido de polietileno y óxido de po-
lipropileno.

30 Las composiciones se emplean preferiblemente en un



343065

1 medio ácido. Un medio ácido adecuado puede ser el proporcio
nado por un ácido orgánico o inorgánico, preferentemente
ácido fosfórico. Se ha hallado que la presencia de una pe-
5 queña proporción de alcohol isopropílico facilita la solu-
bilización.

Las composiciones de este invento constituyen vehícu-
los extraordinariamente eficaces del yodo disponible.

Aunque no es nuestro deseo quedar limitados por ningun
na explicación, parece ser que, en uso, las composiciones
10 del invento proporcionan el establecimiento de un equili-
brio entre la molécula de yodo y la molécula anfólitica.
A medida que el yodo es consumido cuando se utiliza el com-
puesto como germicida en el ataque de proteínas bacterioló-
gicas, etc, la composición se disocia para liberar más yo-
15 do. De esta forma la totalidad del yodo originalmente "com-
binado" con la molécula anfólitica queda disponible y la
"combinación" de yodo y anfólito actúa como fuente de yodo
libre.

Las composiciones de este invento disponen de un ele-
20 vado contenido en yodo disponible para la acción bacterici-
da y también permanecen relativamente sin desactivar por la
presencia de materia orgánica y tejido animal. Son compues-
tos de saneamiento de acción rápida pero son menos corrosi-
vos para los metales de lo que sería una cantidad equiva-
25 lente de yodo libre. También presentan acción detergente
sin reducción del poder bactericida.

Las composiciones de este invento pueden ser prepara-
das por incorporación del yodo al agente superficialmente
activo anfólitico. Esta incorporación se realiza preferi-
30 blemente a temperaturas elevadas y el producto deseado se



343065

1 separa después de haber dejado la mezcla en reposo. A con-
tinuación el producto puede solubilizarse mediante el uso
de un agente superficialmente activo, como se ha descrito
anteriormente y se disuelve en agua. El pH de la solución
5 acuosa resultante puede ser ajustado después dentro del in-
tervalo ácido por adición de un ácido como el cítrico o el
fosfórico.

10 Con objeto de que el invento sea mejor comprendido
se dan los siguientes ejemplos, solamente a título de ilus-
tración:

EJEMPLO 1

15 En una vasija de vidrio mezcladora se colocan 78,5 g
de una solución al 55 % en peso del derivado N-alquílico
de coco del ácido aminobutírico (nombre comercial, "Armeen
Z") y su temperatura se eleva a 40°C. A esta temperatura
se incorporan gradualmente, con agitación, 21,5 g de yodo.
Después se prosigue la agitación mecánica de la mezcla du-
rante 30 minutos más.

20 Dejándola en reposo, la mezcla se separa en una fase
acuosa superior y una capa negra inferior que contiene el
complejo hidrófobo.

A continuación se dan unos ejemplos de los métodos
utilizados para solubilizar la capa inferior con objeto de
producir un sistema homogéneo estable:

25 (a) Sobre 100 g de la mezcla en dos capas, preparada en la
forma descrita, se añaden, con agitación, 200 g de una
solución al 60 % de aceite de castor sulfonado. La mez-
cla espesa se diluye después por adición de 700 g de
agua. Por lo tanto, la composición total del producto
30 así obtenido es:



343065

1

% en peso

Agente superficialmente activo anfotérico	4,325
Yodo	2,150
Aceite de castor sulfonado	12,000
Agua	<u>81,525</u>
	100,000

5

Se ha hallado que este producto es una solución homogénea estable con un contenido en yodo disponible, determinado por análisis, del 2,05 % en peso.

10

(b) Sobre 100 g de la mezola en dos capas preparada antes se añaden, con agitación, 400 g de una solución al 25% de un sulfato de alquilo secundario. La mezcla espesa se diluye después por adición de 500 g de agua. La composición total de este producto, es, por lo tanto:

15

% en peso

Agente superficialmente activo anfotérico	4,325
Yodo	2,150
Sulfato de alquilo secundario	10,000
Agua	<u>83,525</u>
	100,000

20

Se trata de una solución homogénea estable con un 2,05 % en peso de yodo disponible, determinado por análisis.

25

(c) Sobre 100 g de la mezola en dos capas, preparada en la forma descrita, se añaden lentamente, con agitación, 7,54 g de ácido fosfórico al 80 % en peso. A continuación se añaden 238,5 g de una solución activa al 27 % de sal sódica de sulfato de éter laurílico. Esta mezcla se diluye después todavía más por adición, con agitación, de 622,0 g de agua y 107,5 g de butil "cello-

30

343065

14



1 solve". Este producto tiene entonces la siguiente composición total:

	<u>% en peso</u>
Complejo de anfolito - yodo	9,3
5 Sulfato de éter laurílico, sal sódica (solución al 27 %)	22,2
Butil "cellosolve"	10,0
Acido fosfórico al 80 %	0,7
Agua	<u>57,8</u>
10	100,0

Se ha hallado que se trata de una solución homogénea y estable, adecuada para uso como antiséptico, con un contenido en yodo disponible del 1,95 % en peso.

Yodo total y yodo disponible

15 El yodo total y el yodo disponible en el complejo original de yodo y agente superficialmente activo anfolítico se determinó obteniéndose los siguientes resultados.

	<u>% en peso</u>
<u>Resultados</u>	
20 Yodo disponible (valoración con tiosulfato)	21,3
Yodo total (reducción de Stepanow y valoración de Volhard)	21,5

EJEMPLO 2

25 La vasija mezcladora de vidrio se carga con 57,0 g de una solución al 5 % del derivado N-alquílico de coco del ácido aminobutírico (Armeen Z) y 43,0 g de yodo. Se mezclan los dos componentes y, mediante una camisa de vapor, se eleva la temperatura de la mezcla hasta unos 85° a 99° C.

30 Se continúa calentando durante 30 minutos. Inicialmente se separa el agua como capa superior, pero a medida



343065

1 que prosigue la calefacción la capa oleosa inferior se extiende gradualmente a través de la fase acuosa para dar un líquido negro uniforme que no se separa al enfriar a -10°C .

Yodo total y yodo disponible

5 El yodo total y disponible en el líquido negro se determina como en el Ejemplo 1.

	<u>% en peso</u>
Yodo disponible	42,7
Yodo total	42,9

10 El complejo de yodo hidrófobo dispersado en el líquido se solubiliza de la siguiente forma:

Sobre 100 g del líquido negro, preparado en la forma citada, se añaden lentamente, con agitación, 400 g de una solución al 27 % de la sal sódica del sulfato de éter laurílico. A continuación se añaden 1500 g de agua. La composición total del producto así obtenido es la siguiente:

	<u>% en peso</u>
Agente anfólitico superficialmente activo	1,57
Yodo	2,15
Sulfato de éter laurílico, sal sódica	5,40
Agua	<u>90,88</u>
	100,00

25 Se ha hallado que esta composición es una solución homogénea y estable, con un contenido en yodo disponible, determinado por análisis, del 2,0 % en peso.

30 Otras formulaciones, utilizando la misma solución al 74,4 % en peso del complejo de anfólito y yodo que han resultado ser particularmente útiles para el lavado de ubres, como antisépticos o como desinfectantes generales,



343065

1 son las siguientes:

	<u>% en peso</u>
(i)	
Complejo de anfolito - yodo (solución al 74,4 % en peso)	5,0
5 Acido fosfórico al 80 % en peso	0,7
Sulfato de éter laurílico, sal sódica (solución al 27 %)	50,0
Alcohol isopropílico	10,0
Agua	<u>34,3</u>
10	100,0

Yodo disponible: 1,87 % en peso

	<u>% en peso</u>
(ii)	
Complejo de anfolito-yodo (solución al 74,4 % en peso)	5,0
15 Acido fosfórico al 80 % en peso	27,0
Sulfato de éter laurílico, sal sódica (solución al 27 %)	22,2
Alcohol isopropílico	10,0
Agua	<u>35,8</u>
20	100,0

Yodo disponible: 1,96 % en peso

Se ha hallado que esta formulación es particularmente útil como detergente-esterilizante en la industria lechera.

25

EJEMPLO 3

Se disuelven 30 g del ácido preparado a partir de N-coco-β-aminopropionato sódico (nombre comercial, "Deriphath 151") en 16,5 g de alcohol isopropílico.

30

La solución se calienta a 45°C y se incorporan, con agitación, 53,5 g de yodo. Se agita la solución hasta que



343065

1 se ha disuelto todo el yodo. Este proceso generalmente du-
 ra 30 minutos. El producto resultante es un concentrado lí-
 quido negro del complejo de anfolito y yodo (es decir, una
 solución al 83,5 % en peso en alcohol isopropílico).

5 Yodo total y yodo disponible

El yodo total y disponible en el concentrado se de-
 termina como antes:

	<u>% en peso</u>
Yodo disponible	53,2
10 Yodo total	53,4

Este complejo hidrófobo se solubiliza de la forma
 siguiente:

15 Sobre 10 g del concentrado líquido negro se añaden, con
 agitación, 40 g de una solución al 25 % de un alcanosul-
 fato sódico. El líquido espeso resultante se diluye ul-
 teriormente mediante adición de 50 g de agua. La compo-
 sición total del producto así obtenido es:

	<u>% en peso</u>
Complejo de anfolito - yodo	8,35
20 Alcohol isopropílico	1,65
Alcanosulfato, sal sódica	10,00
Agua	<u>80,00</u>
	100,00

25 Se trata de un líquido homogéneo estable, con un con-
 tenido en yodo disponible del 5,1 %. Otro método posible de
 solubilización conduce a la siguiente formulación:

	<u>% en peso</u>
Complejo de anfolito - yodo	4,175
Alcohol isopropílico	0,825
30 Alquilarilsulfonato sódico	10,000



343065

1

Agua

85,000

100,000

Se trata de un líquido homogéneo y estable, con un contenido en yodo disponible del 2,5 % en peso.

5

Se ha hallado que la formulación siguiente es adecuada como gel contra la mastitis, que puede ser aplicada directamente sobre la piel de la ubre de las vacas, en la forma descrita en nuestra solicitud de patente americana titulada "Mejoras relativas al tratamiento de las vacas".

10

% en peso

Complejo de anfólito - yodo

4,175

Alcohol isopropílico

0,825

Aceite de castor sulfonado

10,000

Carboximetilcelulosa

2,000

15

Agua

83,000

100,000

El contenido de yodo disponible de este gel es del 2,5 % en peso.

20

25

30

343065

26

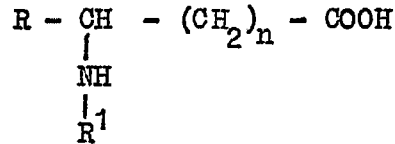


1

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de una composición de materia que contiene yodo y uno o más agentes superficialmente activos de fórmula general:

5



10

donde R representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo que contiene de 1 a 8 átomos de carbono, R¹ representa una cadena hidrocarbonada que puede ser insaturada y que contiene de 1 a 20 átomos de carbono o un grupo aralquilo o cicloalquilo que contiene dicha cadena y n es un número entero de 1 a 5; cuyo procedimiento consiste en incorporar yodo a un agente superficialmente activo de la fórmula dada.

13

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que la incorporación se realiza a temperatura elevada y el producto deseado se separa después de haber dejado la mezcla en reposo.

20

3. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 o 2, que incluye la solubilización del producto con un agente superficialmente activo aniónico, tal como aceite de castor sulfatado o sulfonatado, una sal de sulfato de éter parafínico o una sal de sulfato de éter alquilarílico, y la disolución de la mezcla en agua.

25

4. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 o 2, que incluye la solubilización del producto con un agente superficialmente activo catiónico que es un haluro de amonio cuaternario y la disolución de la mezcla en agua.

30

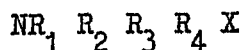
5. Un procedimiento según la Reivindicación 4, en el que el haluro de amonio cuaternario tiene la fórmula:

14 Jul



343065

1



donde uno o dos de los grupos $R_1 - R_4$ representan radicales de hidrocarburos alifáticos de cadena larga de 8 a 20 átomos de carbono y los restantes grupos $R_1 - R_4$ representan grupos alquilo de 1 a 9 átomos de carbono y X representa un anión.

5

6. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 o 2, que incluye la solubilización del producto con un agente superficialmente activo no iónico que es un condensado de alquilo graso y óxido de etileno, un condensado de alquilfenol y óxido de etileno o un co-condensado de óxido de polietileno y óxido de polipropileno y la disolución de la mezcla en agua.

10

7. Un procedimiento según la Reivindicación 3, que incluye el ajuste del pH de la solución acuosa a un valor inferior a 7 mediante adición de ácido.

15

8. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE MATERIA YODO Y UNO O MAS AGENTES SUPERFICIALMENTE ACTIVOS"

20

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de quince páginas mecanografiadas.

Madrid, 14 julio 1.967

BERNARDO UNGRIA

P.P.

25

30