

23 FEB. 1963



PATENTE DE INVENCIÓN

Ref: File 323-40.2.

350826

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de una
composición de saneamiento".

=====

Solicitante: BAIRD CHEMICAL INDUSTRIES, INC., entidad norteamerica-
cana, residente en 185 Madison Avenue, New York, New
York 10016, EE.UU. de A.

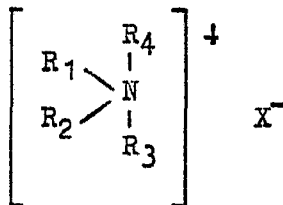
=====

Esta invención se refiere a un procedimiento
de obtención de nuevas composiciones germicidas y a
su utilización como germicidas para diferentes apli-
caciones especiales.

5. Las composiciones germicidas de la invención

23 FEB 1968

contienen un compuesto de amonio cuaternario que tiene la fórmula:



5. en la que R₁ y R₂ son cada una alquilo de 8 a 12 átomos de carbono y R₁ y R₂ juntas tiene un promedio de 9 a 11 átomos de carbono; R₃ es un grupo alquilo inferior que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, un grupo alcohol inferior que contiene dos o tres átomos de carbono, un grupo aralquilo, ó cloro ó alquil aralquilo sustituido; R₄ es un grupo alquilo inferior que contiene 1 a 4 átomos de carbono o un grupo alcohol inferior que contiene 2 ó 3 átomos de carbono y X⁻ es un cloruro, un etosulfato o un metosulfato. R₁ y R₂ iguales o diferentes, pueden ser un alquilo de cadena recta o ramificada, preferentemente normal. R₃ preferiblemente es un grupo metilo, etil hidroxietilo, bencilo, clorobencilo, diclorobencilo o un grupo alquil-bencilo que tiene uno a tres sustituyentes alquilo con un total de no más de seis átomos de carbono de los sustituyentes alquilo. R₄ es preferiblemente metilo o etilo.
- 10.
- 15.
20. Los Ejemplos de estos compuestos de amonio cuaternario son: cloruro de didecil dimetil amonio, metosulfato de didecil dimetil amonio, etosulfato de didecil dimetil amonio, cloruro de didecil metil propil amonio, cloruro de didecil metil butil amonio, cloruro de didecil



5. metil bencil amonio, metosulfato de didecil etil bencil amonio, cloruro de didecil metil etil amonio, cloruro de didecil dietil amonio, cloruro de didecil metil 4-clorobencil amonio, cloruro de didecil metil 3,4-diclorobencil amonio, cloruro de decil octil dimetil amonio, cloruro de decil octil bencil metil amonio, cloruro de decil dodecil dimetil amonio, cloruro de decil dodecil etil metil amonio, cloruro de dinonil metil 2,4-dimetil bencil amonio, cloruro de diundecil dimetil amonio, cloruro de dinonil hidroxietil metilo, cloruro de didecil hidroxipropil metilo y cloruro de undecil dihidroxietilo.

15. Las mezclas de los compuestos que contienen compuestos dioctilo, didecil y decil octilo o compuestos didecil, didodecil y decil dodecilo también están dentro del alcance de la presente invención. Muchas de estas composiciones de la invención son nuevas composiciones de materia. Estas incluyen el dodecil alquil bencilo y compuestos bencilos sustituidos y dioctil didecilo y las mezclas a base de didecilo-didodecilo.

20. Las composiciones germicidas que contienen los compuestos de amonio cuaternarios de esta invención exhiben características únicas con respecto a las composiciones aparentemente similares que contiene otros compuestos cuaternarios estrechamente relacionados. Específicamente, las composiciones tienen una actividad germicida excepcional y totalmente fuera de lo normal una alta tolerancia a las aguas duras y al suelo orgánico. Además, tienen una tolerancia suficientemente alta a los agentes tensioactivos anionicos que los hacen adecuados para higienizar o desinfectar las superficies duras en presencia
- 25.
- 30.



de un agente tensioactivo aniónico. A la luz de todas estas propiedades únicas las composiciones de la invención son particularmente útiles para aplicaciones de saneamiento y desinfectantes de superficies duras. Además,

5. aquellos compuestos que tienen una cantidad promedio de átomos de carbono en los grupos alquilo de cadena larga de 9 son particularmente útiles para ser aplicados en lavaderos.

Los compuestos de amonio cuaternario utilizados

10. en la presente invención se pueden preparar con cualquier procedimiento conocido. Ver por ejemplo: A.W. Ralston, et al., J. Org. Chem 13, p. 186 (1948).

Para las aplicaciones de saneamiento y desinfección de superficies duras, los compuestos cuaternarios

15. generalmente se aplican en una dilución que contiene de 50 a 2500 ppm del compuesto cuaternario, dependiendo de la aplicación en particular. Preferiblemente, el compuesto cuaternario se prepara como un concentrado compuesto de agua y un alcohol inferior, tal como metanol, etanol

20. o isopropanol, como sistema disolvente. De 0,5 a 4 partes del compuesto cuaternario se disuelve en una parte en peso de disolvente total.

Una propiedad particularmente única de los compuestos cuaternarios de la presente invención es la retención de la alta actividad germicida en presencia de

25. cantidades importantes de detergentes aniónicos sintéticos y jabón.

Esta tolerancia a los agentes tensioactivos aniónicos hace a las composiciones de la presente invención

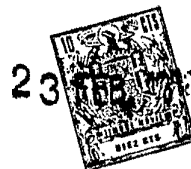
30. adecuados para saneamientos y desinfección de superficies



que ya han sido limpiadas con, y que contienen cantidades residuales de detergentes aniónicos.

- Los agentes tensioactivos aniónicos utilizados para limpiar o sanear superficies duras tienen la fórmula $R-COOM$, $R-SO_3M$ ó $R-OSO_3M$, en la cual M representa un metal alcalino, amonio o un grupo sustituido (amina) y R representa un radical orgánico que tiene más de 8 átomos de carbono. Los ejemplos son: jabones, sarcosinatos de ácidos grasos, sulfonatos alquílicos, sulfatos alquílicos, ésteres sulfatados de grupos alifáticos, de cadena larga, ésteres alquílicos sulfonados de ácidos grasos de cadena larga, ésteres glicólicos sulfonados de ácidos grasos de cadena larga, amidas alquil sustituidas sulfonadas de ácidos grasos de cadena larga, sulfonatos arílicos alquilados, sulfosuccinatos alquílicos, y un éster organo fosfato tensioactivo. La definición de agentes tensioactivos aniónicos también incluye agentes tensioactivos anfotéricos formulados con un pH sobre su punto isoelectrico. Estos agentes tensioactivos anfotéricos incluyen propionatos N-amino grasos, dipropionatos N-imino grasos, cicloimidatos y N-arilos grasos-N'-alcalino ó amina carboximetil-N'-(2-hidroxietil) etilendiamina.

- Quando los compuestos cuaternarios de la invención se utilizan para saneamiento, su contenido de dilución a utilizar es de 50 a 500 ppm, preferiblemente de 150 a 300 ppm. Si se desea, los mismos pueden ser formulados con detergentes no iónicos y/o con formadores de detergentes. Se agrega un solvente acoplado ó de unión para obtener la estabilidad necesaria. Basado en una parte en peso del compuesto cuaternario, se puede utilizar de 0 a



10 partes, preferiblemente de 0,25 a 1 parte de un agente tensioactivo no iónico. Los formadores de detergente se agregan en cantidades que oscilan de 0,5 a 10 partes en peso, preferiblemente de 1,0 a 5 partes. Las formulaciones típicas son:

5.

Compuesto detergente ácido de saneamiento

8 % de cloruro de decil octil dimetil amonio

4 % nonilfenol poli(etilenoxi) etanol

30 % ácido fosfónico (75 %)

10.

58 % agua

Compuesto detergente alcalino de saneamiento

5 % de cloruro de decil dodecil dimetil amonio

4 % éter de polioxietilen laurilo

6 % tripolifosfato de sodio

15.

1 % carbonato de sodio

84 % agua

Compuesto detergente de saneamiento de huevos

5 % de cloruro de didecil dimetil amonio

5 % nonilfenol poli(etilenoxi) etanol

20.

30 % carbonato de sodio

10 % metasilicato de sodio pentahidratado

50 % tripolifosfato de sodio

25.

Cuando los compuestos cuaternarios de la invención se utilizan para desinfectar, su concentración en la dilución acuosa a utilizar oscila entre 200 a 3000 ppm, preferiblemente de 350 a 650 ppm. Los agentes tensioactivos no iónicos y/o los formadores de detergente también se pueden utilizar con las mismas cantidades como se describen para las formulaciones de saneamiento.

30.

Un ejemplo de dicha formulación es:



Desinfectante detergente

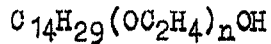
- 5 % de cloruro de octil decil dimetil amonio
- 5 % nonil fenol poli(etilenoxi) etanol
- 1 % carbonato de sodio
- 5. 6 % tripolifosfato de sodio
- 1 % tetraacetato de etilendiamina tetrasódico
- 82 % agua

Los agentes tensioactivos no iónicos que se pueden formular con los compuestos cuaternarios de la presente invención incluyen:

10.

(1) Monoésteres de poliglicoles con alcoholes grasos de cadena larga, tal como los productos de reacción de óxido de etileno glicol de polietileno con un alcohol graso de cadena larga (por ejemplo un producto de reacción de óxido de etileno y alcohol miristílico, a saber:

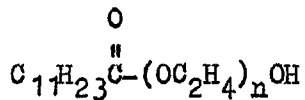
15.



donde n es 5 a 20).

(2) Monoésteres de poliglicoles con ácidos grasos de cadena larga, tal como productos de reacción de óxido de etileno o glicol de polietileno con un ácido graso de cadena larga (por ejemplo un producto de reacción de óxido de etileno o glicol de polietileno con ácido láurico, a saber:

20.



donde n es 5 a 20).

(3) Monoésteres de poliglicoles con fenoles alquilados tales como los productos de reacción de óxido de

25.



donde $\overset{O}{\parallel}RC$ es sebo hidrogenado, $X + y = 50$ moles de óxido de etileno.

Los formadores de detergentes que se pueden utilizar incluyen:

5. (1) Las sales alcalinas inorgánicas formadoras solubles en agua, solas o en mezcla; por ejemplo: carbonatos, boratos, fosfatos, polifosfatos, bicarbonatos y silicatos. Los ejemplos específicos de tales sales son: tripolifosfatos de sodio, carbonato de sodio, tetraborato de sodio, ácido de pirofosfato de sodio, bicarbonato de sodio, tripolifosfato de potasio, pirofosfato de tetrapotasio, exametafosfato de sodio, sesquicarbonato de sodio, fosfato trisódico, y bicarbonato de potasio. Dichas sales inorgánicas formadoras aumentan la capacidad de detergencia de la composición.
- 10.
15. (2) Las sales orgánicas formadoras solubles en agua secuestrantes, se utilizan solas o en mezclas, tal como metal alcalino, amonio ó policarboxilatos amino amonio substituido, por Ejemplo, tetraacetato de etilendiamina de sodio y potasio, triacetatos de N-(2-hidroxidil) etilendiamina de sodio y potasio, triacetatos de nitrilo de sodio y potasio y sodio potasio, y diacetatos de trietanolamónio N-(2-hidroxietil) imino. Otras sales orgánicas formadoras secuestrantes que se pueden utilizar son: diacetatos de N-hidroxietil-imino, glicinatos de dihidroxietilo, pentaacetatos de dietilentriamina; tetraacetatos de 1,2-ciclohexano diamina. Las sales mezcladas de estos policarboxilatos son también adecuadas. El ácido gluconico, ácido pítico y sus álcalis y sales de aminas son también adecuadas como formadores
- 20.
- 25.
- 30.



- orgánicos secuestrables. En el caso de aplicaciones en productos de lavandería, los compuestos de la presente invención se pueden agregar durante el ciclo de lavado o enjuague. Cuando se utilizan durante el ciclo de lavado, las mismas son formuladas con un detergente no iónico de modo que la dosis aplicada de los compuestos de la invención es de 50-3000 p.p.m., preferiblemente 150-400 p.p.m., basado en el peso seco de la carga de ropa. Una formulación detergente antimicrobiana para la lavandería típica es la siguiente:

Detergente antimicrobiano para lavandería

- 0,8 % Cloruro de octil decil dimetil amonio
 - 10,0 % Aducto de óxido de etileno alcohol sec.lineal(a)
 - 40,0 % Tripolifosfato de sodio
 - 12,5 % Metasilicato de sodio pentahidratado
 - 1,5 % Carboximetil celulosa de sodio (b)
 - 0,4 % Abrillantador óptico (c)
 - 34,8 % Sulfato de sodio anhidro
- (a) Torgitol 75-8-9 (Unión Carbide Corp.)
- (b) Carbose D (Wyandotte Chemicals Corp.)
- (c) Hiltamine CWD (Hilton-Davis Chemical Co.)

- En las lavanderías o lavaderos comerciales, los germicidas se pueden agregar con el ácido lavador. Los ácidos se agregan para neutralizar el decoloramiento producido por el hipoclorito o alcali-residual, que por lo general son el silicofluoruro de amonio, cinc o sodio. Los compuestos cuaternarios de esta invención se utilizan en una relación de 0,1-10 partes, preferiblemente 0,2-0,5 partes a una parte en peso de fluoruro ácido. Un ejemplo típico es:



Germicida ácido para lavandería

33 % Cloruro de didécil bencil metil amonio

67 % Silicofluoruro de amonio

5. En las máquinas lavadoras caseras, se pueden agregar los compuestos de amonio cuaternario con formulaciones que contienen un compuesto ablandador de telas, o un compuesto ablandador de telas más un abrillantador óptico.

10. Estas formulaciones contienen 0,25 a 6 partes en peso, preferiblemente 2,0 a 4,0 partes del ablandador de telas por cada parte del compuesto de amonio cuaternario. Ejemplos de ablandadores de telas son: cloruro de di(sebo hidrogenado)dimetil amonio y sulfato de 1-metil-1-alcenoamidoetil-2-alquilimidazolinio metilo por ejemplo sulfato de 1-metil-1-estearilamidoetil-2-estearilimidazolinio metilo.
15. Ejemplos de abrillantadores ópticos son: derivados bis-tiazinilos del ácido 4,4'-diaminostilbeno-2,2'-disulfónico y derivados benzimidazolinios. Una formulación típica es:

20. Ablandador de tela germicida

5,1 % Sulfato de 1-metil-1-estearilamidoetil-2-estearil-imidazolinmetilo

1,6 % Alcohol isopropílico

1,5 % Cloruro de octil decil dimetil amonio

25. 1,5 % Abrillantador óptico (20 % activo) (a)

91,3 % Agua

(a) Hiltamine Arctic White CC; Hilton-Davis Chem. Co.)

30. Aunque todos los compuestos de la presente invención son útiles para ser aplicados a los productos de lavandería, se ha comprobado que se obtienen resultados



- sorprendentemente convenientes con una mezcla de cloruro de didecil dimetil amonio y el cloruro de dioctil dimetil amonio. La mezcla puede contener de 10:1 a 1:10 en peso de cada compuesto cuaternario, preferiblemente de 3:1 a 1:3. La presencia del compuesto decil octil dimetil amonio es ventajosa.

Una mezcla particularmente notable para aplicaciones en lavanderias se puede preparar de la manera siguiente:

10. EJEMPLO A. Utilizando un autoclave de 3,78 litros, se hacen reaccionar 6 moles de cloruro de octilo y 6 moles de cloruro de decilo con 6 moles de monometilamina en presencia de 15 gramos de yoduro de potasio y 1056 gramos de un cáustico acuoso al 50 % (13,2 moles de NaOH). La reacción continúa durante 6 horas a 165°C. Después de dejar enfriar a 120°C, las dos fases son separadas y se efectúa una destilación extractiva al vacío de la fase superior obteniéndose un producto que tiene un peso molecular de 294.
15. De este producto, 2,55 moles se cargan en un autoclave de 3,78 litros, con 230 gramos de alcohol isopropílico. Se elimina el vacío y se cargan 2,50 moles de cloruro de metilo. La tanda es calentada a 80°C durante dos horas. La sal de amonio cuaternario obtenida tiene una distribución estadística de productos que es de aproximadamente 25 % de dioctilo, 25 % de didecilo y 50 % de cloruro de decil octil dimetil amonio. La superioridad de este material para aplicaciones en productos de lavanderias se indica subsiguientemente.
20. El cloruro de bencil didecil metil amonio es un
- 25.
- 30.



- compuesto cuaternario cristalino soluble en agua que funde entre 85° - 88°C. Estas propiedades físicas, combinadas con una notable actividad desinfectante, lo hace particularmente aplicable para obtener fácilmente
5. mezclas secas de productos desinfectantes sólidos, por ejemplo: limpiadores desinfectantes en polvo, tabletas o pastillas de saneamiento y detergentes de lavandería antimicrobianos en polvo. Las siguientes mezclas son útiles para las aplicaciones mencionadas precedentemente.
10. Desinfectante en polvo limpiador
- 5 % Cloruro de bencil didecil metil amonio
 - 5 % Aducto de óxido etileno alcohol primario lineal (a)
 - 55 % Tripolifosfato de sodio
 - 35 % Carbonato de sodio
15. (a) Plurafac A-38 (flaked); Wyandotte Chemicals Corp.)
- Tableta de saneamiento
- 50,0 % Cloruro de bencil didecil metil amonio
 - 12,5 % Bi-carbonato de sodio
 - 6,3 % Acido cítrico
 - 15,0 % Dextrosa
 - 16,2 % Cloruro de sodio
20. Detergente antibacterial para lavandería
- 1,0 % Cloruro de bencil didecil metil amonio
 - 10,0 % Aducto de óxido etileno alcohol primario lineal(a)
 - 40,0 % Tripolifosfato de sodio
 - 34,7 % Carbonato de sodio
 - 12,5 % Metasilicato de sodio pentahidratado
 - 1,5 % Carboximetil celulosa de sodio (65 % activa) (b)
 - 0,3 % Abrillantador óptico (c)
- 25.



- (a) Plurafac A-38 (flaked); Wyandotte Chemicals Corp.
- (b) Carbose D; Wyandotte Chemicals Corp.
- (c) Hiltamine CWD; Hilton-Davis Chemical Co.

5. La preparación del compuesto precedente se indica en el ejemplo siguiente:

EJEMPLO "B" Una mezcla de 31,7 gramos de didecilamina, 12,6 gramos de cloruro de bencilo, 400 ml. de acetonitrilo y 200 ml de acetona fue sometida a reflujo durante 16 horas en un baño de vapor. La mezcla de disolventes fue extraída por destilación en vacío y el aceite restante tomado con aproximadamente 100 ml. de isopropanol. El disolvente fue extraído nuevamente por destilación en vacío. El aceite amarillo residual fue disuelto en éter absoluto y diluido con n-pentano hasta que comenzó la cristalización. La cristalización avanzó lentamente y se agregó una cantidad adicional de n-pentano periódicamente. Después de reposar durante toda la noche, el producto cristalino blanco fue recogido en un embudo de succión, lavado con una cantidad adicional de n-pentano y secado libre de disolvente. Rendimiento, 30,5 gramos de un producto cristalino blanco, que fue cloruro de didecil metil bencil amonio, fundiéndose entre 85° - 88°C.

25. Análisis: Calc. para $C_{28}H_{53}NO$; N, 31,7 %
Determinado: N, 31,4 %

El cloruro de didecil metil bencil amonio es soluble en agua en una proporción de 4,7 %.

30. Con el fin de exhibir la eficacia de los compuestos de la invención, se ha efectuado una comparación con otros compuestos de amonios cuaternarios que se indica



en los siguientes ejemplos. Con fines de brevedad estos compuestos conocidos se mencionarán en los ejemplos de la manera siguiente:

5. "Compuesto cuaternario A" - una mezcla de 50 % n-alquilo (60 % C₁₄, 30 % C₁₆, 5 % C₁₂, 5 % C₁₈) cloruro de bencil dimetil amonio y 50 % n-alquilo (50 % C₁₂, 30 % C₁₄, 17 % C₁₆, 3 % C₁₈) cloruro de dimetil etil bencil amonio.

10. "Compuesto cuaternario B" - n-alquil (50 % C₁₄, 40 % C₁₂, 10 % C₁₆) bencil dimetil amonio.

15. En el caso de los compuestos de la presente invención utilizada en el ejemplo, cuando difieren los grupos alquilo de cadena larga, por ejemplo: cloruro de decil octil dimetil amonio y cloruro de decil dodecil dimetil amonio, las composiciones contienen una distribución estadística de materiales tales como los descritos en el ejemplo A. Tales composiciones tienen grupos alquilo de cadena larga entre 8 y 12 y un número promedio de átomos de carbono de 9-C respectivamente.

20. EJEMPLO I

25. Con el propósito de ilustrar la actividad biológica notable de los compuestos de la invención, se realizaron ensayos de caldos de dilución. Ver Cutler, et al. Especialidades de jabones y químicas, volumen XLIII, No 4, página 74 (Abril 1967).

30. En los ensayos de caldos de dilución. (18 horas de inmersión), se determinó la concentración inhibitoria mínima. En la tabla 1, las columnas 1 y 2 indican el comportamiento de los dos compuestos cuaternarios dentro del alcance de la presente invención. La columna 3



ilustra los resultados obtenidos con otro compuesto cua-
ternario y la columna 4 un bromuro de amonio cuaterna-
rio.

Tabla 1 - Ensayo del caldo de dilución

<u>Bacteria</u>	<u>Mínimo inhibición concentración (ppm)</u>			
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
<u>Staphylococcus aureus</u>	0,5	0,5	0,5	10
<u>Scherichia coli</u>	5	5	10	10
<u>Pseudomonas aeruginosa</u>	50	50	150	50

1. Cloruro de didecil dimetil amonio
2. Cloruro de decil octil dimetil amonio
3. Compuesto cuaternario A (especificado arriba)
4. Bromuro de decil octil etil metil amonio.

Los compuestos cuaternarios arriba indicados ex-
hiben todos una elevada actividad bacteriostática hacia
el staphilococcus aureus. La bacteria Gran negativa es
conocida como más elástica a los compuestos cuaternarios
que los organismos Gram positivos. Inesperadamente el
dialquilo de la presente invención exhibe una actividad
Gram negativa significativamente superior.

15. EJEMPLO II

Para ilustrar la velocidad de exterminio de las
bacterias, se realizaron ensayos de eficacia germicida
utilizando un compuesto preferido de la presente inven-
ción y un compuesto comercial. Este ensayo, que es lleva-
do a cabo con agua destilada, es una modificación del en-
sayo de saneamiento o sanitario germicida y detergente



23 FEB 1968

- (por los métodos oficiales de análisis de la asociación de químicos oficiales de agricultura; 10a. Edición, párrafo 5.023 - 5.026, 5.029 - 5.032; páginas 87-9 (1965). La tabla 2 describe la concentración necesaria para efectuar una reducción de 99.999 % en la cantidad de bacterias en 30 segundos:
- 5.

T a b l a 2

Ensayo de efectividad germicida, ppm.

<u>Bacteria</u>	<u>1</u>	<u>2</u>
<u>Staphylococcus aureus</u>	10	25
<u>Escherichia coli</u>	13	20
<u>Pseudomonas aeruginosa</u>	25	33

1. Cloruro de didecil dimetil amonio
2. Compuesto cuaternario B (especificado arriba).

10. La tabla 2 indica que los compuestos de la presente invención exhiben una velocidad total más rápida de exterminio que el compuesto a base de cloruro de benzalconio.

EJEMPLO III

15. La actividad antifúngica del cloruro de didecil dimetil amonio fue determinada en el ensayo del caldo de dilución y la concentración inhibitoria mínima está indicada en la siguiente tabla:



Tabla 3

Ensayo del caldo de dilucion

<u>Hongos</u>	<u>Actividad fungistática</u>			
	<u>Mínimo inhibición concentración</u>			
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
<u>Aspergillus niger</u>	5	10	15	20
<u>Trichophyton mentagrophytes</u>	5	10	5	20
<u>Candida albicans</u>	1	5	5	20

1. Cloruro de didecil dimetil amonio
2. Cloruro de decil octil dimetil amonio
3. Cloruro de decil octil bencil metil amonio
4. Compuesto cuaternario A (especificado arriba).

5. La tabla 3 describe la actividad fungistática superior de los compuestos de la presente invención cuando son comparados con el compuesto cuaternario A.

EJEMPLO IV

10. Este ejemplo indica el coeficiente de fenol inusualmente elevado que se obtiene utilizando las composiciones de la presente invención. Los coeficientes del fenol se determinan de acuerdo al procedimiento descrito en los métodos oficiales de análisis de la Asociación de Químicos oficiales de agricultura, 10a. edición, Washington, D.C. (1965), AOAC, páginas 80-82.

15.



T a b l a 4

<u>Bacteria</u>	<u>Coefficiente de fenol</u>						
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>	<u>7</u>
<u>Staphylococcus aureus</u>	1050	1000	1000	1000	1142	775	29
<u>Salmonella typhosa</u>	1052	824	730	737	1000	274	44

1. Cloruro de didecil dimetil amonio.
2. Cloruro de didecil bencil metil amonio.
3. Cloruro de decil octil dimetil amonio.
4. Cloruro de decil octil bencil metil amonio.
5. Cloruro de decil dodecil dimetil amonio.
6. Cloruro de dioctil dimetil amonio.
7. Cloruro de didodecil dimetil amonio.

La tabla 4 indica que ya sea con un leve aumento o reducción en el número promedio de átomos de carbono en el alquilo medio de los compuestos produce una brusca depresión de la actividad antibacterial medida por las Normas de Ensayo de Coeficiente de Fenol. El dibujo que se adjunta ilustra gráficamente la criticalidad del número promedio de átomos de carbono en los dos grupos alquilos de cadena larga para la actividad bactericida de los compuestos cuaternarios. El eje vertical del dibujo representa la co-eficacia del fenol con respecto al *Staphylococcus aureus*, mientras el eje horizontal muestra el número promedio de átomos de carbono en los dos radicales alquilo de cadena larga de los compuestos cuaternarios dialquildimetilicos.

EJEMPLO V

Los compuestos de didecilo retienen una actividad bactericida mayor hacia el *Staphylococcus aureus* presentes en suelos orgánicos que los cloruros de benzalconio comercialmente disponibles. Esto está indicado en la tabla 5 llevando a cabo el ensayo del coeficiente del fenol con respecto al *Staphylococcus aureus* en presencia de cargas de suero en la sangre.



1968

% de suero en la sangre	Coeficiente de fenol vs. Staphylococcus aureus			% de retención de actividad		
	1	2	3	1	2	3
0	1050	970	800	-	-	-
5	692	260	211	66	27	26
10	286	143	111	27	15	14

1. Cloruro de didecil dimetil amonio.
2. Compuesto cuaternario A (especificado arriba)
3. Compuesto cuaternario B (especificado arriba)

EJEMPLO VI

Otro ensayo desinfectante de superficies duras, es decir: AOAC uso del método de dilución, páginas 82-84 de AOAC, de más arriba, demuestra la elevada retención de actividad del cloruro de decil octil dimetil amonio en presencia de una carga tenso activa, aniónica, como ser estearato de sodio. Esto ha sido demostrado utilizando Staphylococcus aureus como organismo de ensayo. El nivel usual de compuesto cuaternario para una acción desinfectante como ser: 400 ppm también se utilizó. Los resultados de la tabla 6 están indicados como el número de positivos por 10 portadores ensayados, donde los positivos indican el crecimiento de las bacterias y la falta de acción desinfectante.



T a b l a 6

<u>Agente tensioactivo aniónico (ppm) (jabón)</u>	<u>Nº de positivos por 10 portado- res de anillos</u>		
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
200	0	0	1
300	0	4	3
400	2	10	4

1. Cloruro de decil octil dimetil amonio.
2. Compuesto cuaternario A (especificado arriba).
3. Compuesto cuaternario B (especificado arriba).

Los resultados precedentes confirman la elevada retención de la actividad bactericida de las composiciones de la presente invención en presencia de un agente tensioactivo aniónico. Por ejemplo, esta última cualidad hace a los compuestos de la presente invención particularmente útiles para ser utilizados en formulaciones desinfectantes aplicadas a superficies previamente limpiadas con detergentes aniónicos.

EJEMPLO VII

10. Con el fin de demostrar la notable tolerancia al agua dura de los compuestos de la presente invención con respecto al Escherichia coli se llevó a cabo el ensayo de los detergentes y germicidas sanitarios, descritos en AOAC, de más arriba, páginas 87-89. La tabla 7 ilustra los resultados obtenidos.



dería en un "Laúnder - Ometér" (Tipo LHD-ET, Atlas Electric Devices CO.) La composición del detergente para la vandería es:

Detergente antibactericida para lavanderías

5. 10,0 % nonilfenol poli(etileno)etanol lineal (a)
1,0 % cloruro de decil octil dimetil amonio
40,0 % tripolifosfato de sodio
12,5 % metasilicato de sodio pentahidratado
1,5 % carboximetil celulosa de sodio (65 % activa) (b)
10. 0,3 % abrillantador óptico (c)
34,7 % sulfato de sodio anhidro

(a) Igepal LO-630; General Aniline & Film Corp.

(b) Carbose D; Wyandotte Chemicals Corp.

(c) Hiltamine CWD; Hilton-Davis Chemical Co.)

15. Las condiciones del ciclo de lavado son: relación de solución a tela- 10:1; temperatura - 57°C; y tiempo - 10 minutos.

- Después del ciclo de lavado, la solución detergente es decantada y la tela húmeda es enjuagada con 10 partes de agua por cada parte de tela (basada en el peso seco de la misma) durante 4 minutos a 37,7°C. El agua de enjuague posteriormente es decantada. La tela húmeda es colocada en un ajustador de telas arreglado para obtener una extracción de humedad igual al peso seco de la tela.
20. La tela húmeda es secada y luego evaluada para determinar la actividad antibactericida residual por el método de Haskins y otros. Factores que incluyen en la detección de la actividad antimicrobica de la tela tratada; procedimiento de la 53a. Asamblea-semesteral de la Asociación de Fabricantes de especialidades Químicas (Mayo de 1967).
 - 25.
 - 30.



La tabla 8 indica la actividad antibactericida superior de los compuestos de la presente invención que contienen un promedio de 9 átomos de carbono en los dos grupos alquilos de cadena larga.

- 5. Los niveles bacteriostáticos que se encuentran en la tabla 8 describen la cantidad mínima del compuesto cuaternario (basado en el peso de la tela seca) agregado al detergente durante el ciclo de lavado requerido para efectuar una inhibición del 100 % en la cantidad de bacterias en la tela tratada.
- 10.

T a b l a 8

<u>Compuesto</u>	<u>Nivel requerido para una inhibición del 100 %, ppm.</u>	
	<u>S. aureus</u>	<u>E. coli</u>
Cloruro de decil octil dimetil amonio	200	300
Cloruro de didecil dimetil amonio	300	600
Compuesto cuaternario A (especificado arriba)	200	600

- 15. La determinación antibactericida del amplio espectro de los productos detergentes de la lavandería requieren impartir una actividad residual eficaz a la tela contra el Gram negativo (E. Coli) como así también el Gram positivo (S. aureus). La dosis requerida para obtener esto es considerablemente inferior cuando se utilizan los compuestos de la presente invención.

EJEMPLO IX

- 20. La actividad antibactericida de los compuestos de la presente invención fue evaluada para su aplicación en los productos para lavanderías, en el enjuague final.



- En el ensayo de algodón cortado (tamiz 80 x 80, Test Fabrics Inc.) son tratados con una solución acuosa que contiene un compuesto cuaternario en un "Tergotometer" (Model 7243, U.S. Testing Co.). Las condiciones de enjuague final son: relación de solución a tela - 20:1; temperatura de la solución 37,7°C/ y tiempo: 4 minutos. Después del tratamiento, la solución de enjuague es decantada. La tela húmeda es escurrida en un ajustador de telas de modo que la humedad es de 1:1 basada en el peso de la tela seca. La tela húmeda es secada y evaluada para determinar la actividad antibactericida residual por el método de Haskins y otros indicados más arriba.

T a b l a 9

<u>Compuesto</u>	<u>Nivel requerido para una inhibición del 100 %, ppm.</u>	
	<u>S. aureus</u>	<u>E. Coli</u>
Cloruro de decil octil dimetil amonio	150	200
Cloruro de didecil dimetil amonio	150	400
Compuesto cuaternario A (especificado arriba)	150	400

- La indicación antibactericida de amplio espectro para los productos de enjuague final requieren una actividad residual eficaz hacia el Gram negativo (E. Coli) como así también en el Gram positivo (S. Aureus). La tabla 9 demuestra la dosis considerablemente menor requerida para el cloruro de decil octil dimetil amonio para impartir el Gram negativo residual (E. Coli) a la tela tratada.



- N O T A -

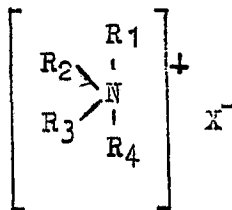
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.

5. También se hace constar que el invento corresponde a unas Solicitudes de Patentes, presentadas en Norteamérica, con fechas y números siguientes: 23 de febrero de 1967, nº 617.805, y el 7 de febrero de 1968, bajo el número 703.598; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, 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 UNA COMPOSICIÓN DE SANEAMIENTO"; caracterizándose por lo siguiente:

10. 15.

1a.- "Procedimiento para la obtención de una composición de saneamiento", o desinfección, caracterizado por que una cantidad efectiva de un compuesto de fórmula:

20.



en la que R₁ y R₂ cada una alquilo de ocho a doce átomos de carbono, y R₁ y R₂ juntas tienen un promedio de nueve a once átomos de carbono; R₃ es un grupo de alquilo infe



- rior que contiene de uno a cuatro átomos de carbono, un grupo alcohol inferior que contiene dos o tres átomos de carbono, un grupo aralquilo, o cloro o un grupo alquilo aralquilo sustituido; R₄ es un grupo alquilo inferior que contiene uno a cuatro átomos de carbono o un grupo alcohol inferior que contiene dos o tres átomos de carbono; y K⁻ es un cloruro, un etosulfato, o un metosulfato, se mezcla con un compuesto elegido del grupo consistente en un detergente no-ionico, un material formador de un detergente y una mezcla de los mismos.
- 5.
- 10.

2a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como compuesto de amonio cuaternario se emplea cloruro de didecil dimetil amonio.

- 3a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como compuesto de amonio cuaternario se emplea cloruro de didecil bencil metil amonio.
- 15.

4a.- "Procedimiento para la obtención de una composición de saneamiento", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

- 20.
- Esta Memoria consta de 27 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

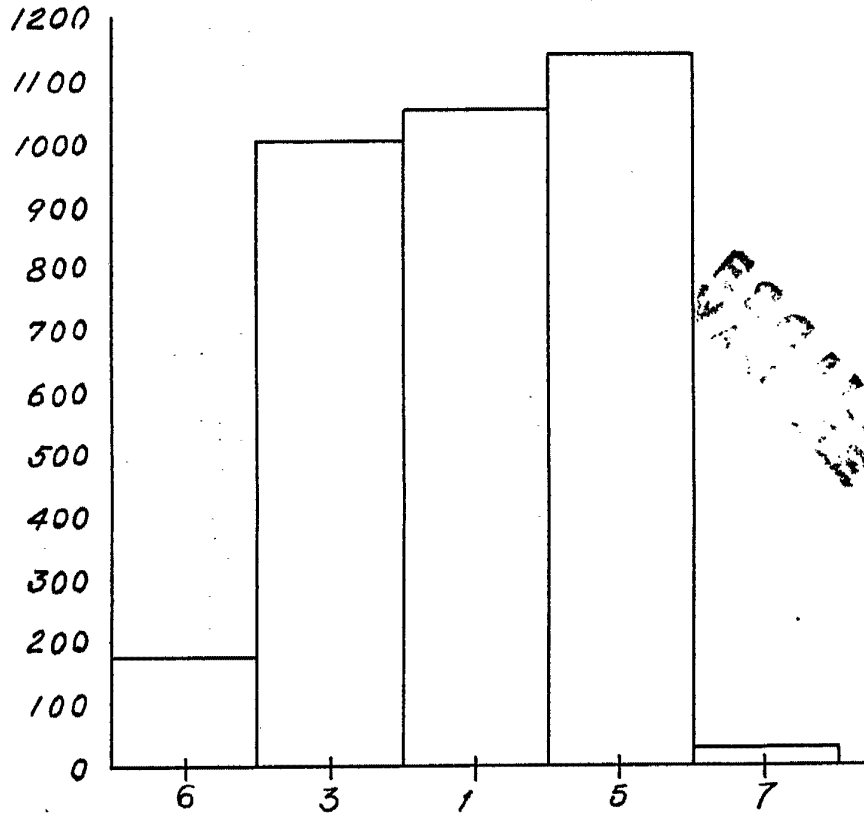
23 FEB. 1968

BAIRD CHEMICAL INDUSTRIES, INC.

J. GOMEZ ACEBO Y MODER
p. p. Firmado: F. Hernández Rola

350.826

23 FEB 1968



23 FEB 1968

AGOMEZ ACENO Y MODEI
Ingenieros en Química y Física