

386767



Case WI-128/A

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>A 61</u>
SUBCLASE <u>K</u>

P A T E N T E

D E

I N T R O D U C C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UNA COMPOSICION SANITIZANTE", a favor de la firma estadounidense WEST LABORATORIES INC., residente en 42-16 West Street, Long Island City 1, N.Y. (EE.UU.).

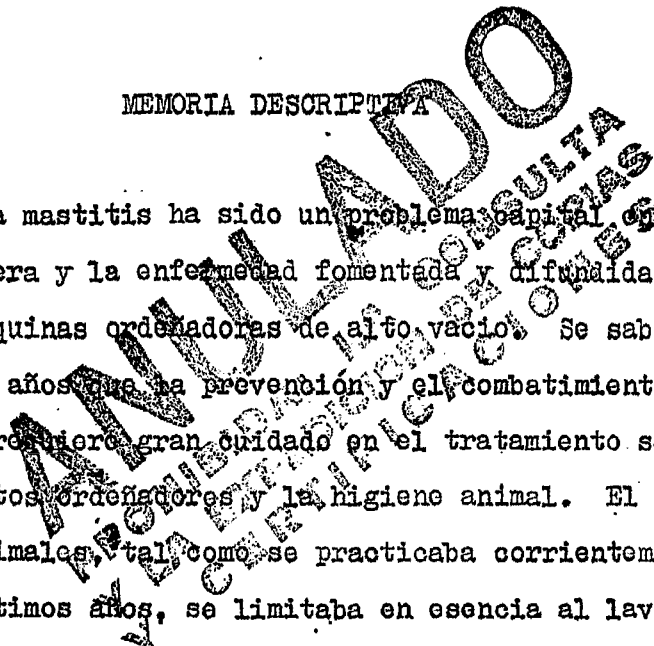
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La mastitis ha sido un problema capital en la industria lechera y la enfermedad fomentada y difundida por el uso de las máquinas ordeñadoras de alto vacio. Se sabe desde hace muchos años que la prevención y el combatimiento de la enfermedad requiere gran cuidado en el tratamiento sanitario de los aparatos ordeñadores y la higiene animal. El tratamiento de los animales, tal como se practicaba corrientemente antes de los últimos años, se limitaba en esencia al lavado de las ubres y las tetas con diversas soluciones sanitizantes antes del ordeño. Durante los últimos diez años, y primordialmente dentro de los pocos últimos años, la importancia del tratamiento de las tetas después del ordeño, con el uso de soluciones germicidas en forma de inmersiones mamilares, se ha

5.

10.





- demostrado y constituye una importante contribución para combatir la mastitis. Dos publicaciones representativas sobre este tema son "Uso de sanitizantes en la prevención de las infecciones intramamarias", por G.K. Johns, Journal of Milk and Food Technology, 29: 309-312, 1966, y "Creación de inmersiones mamilares eficaces - Desinfección de las tetas", por F.K. Neave y col., Nat. Inst. Res. Dairing, páginas 98-101, informe 1965. Esta última publicación describe el uso del hipoclorito sódico líquido, entre otros productos, como fuente de cloro disponible.
5. 10.
- Los productos concentrados de hipoclorito disponible corrientes en el comercio se usan ampliamente como sanitizantes y desinfectantes de fines generales, pero no han resultado satisfactorios cuando se los ha ensayado para el uso como inmersiones manilares al nivel de las granjas lecheras. El hipoclorito cálcico se halla disponible en el comercio en forma de un polvo de contenido muy elevado (alrededor del 70%) de cloro disponible. Este polvo se disuelve muy despacio y es virtualmente imposible obtener soluciones de hipoclorito tan altas como el 4 al 5% dentro de un período de tiempo razonable. Utilizando hipoclorito cálcico sólido existe un riesgo verdadero de que las partículas no disueltas se adhieran a las tetas, causando quemaduras químicas. El hipoclorito sódico sólido es extremadamente inestable y también peligroso para guardarlo y manejarlo en las granjas lecheras. Se hallan en el comercio soluciones muy concentradas de hipoclorito sódico que contienen de 10 a 15% de cloro disponible, pero son muy inestables respecto al mantenimiento de su contenido de cloro disponible. No es insólito que tales soluciones concentradas de hipoclorito sódico pierdan la mitad de su concentra-
15. 20. 25. 30.



- ción en dos o tres meses de almacenamiento. La pérdida de cloro disponible se acelera durante los meses cálidos del verano. Las soluciones de hipoclorito que contienen de 4 a 5% de cloro disponible, aunque son más estables que las soluciones comerciales al 10 a 15%, también se deterioran en un período de meses; no obstante, la pérdida durante un período de uno a dos días es insignificante.
5. Ahora se ha descubierto que, de acuerdo con este invento, las limitaciones en la preparación, expendición, uso a nivel de granjas lecheras y eficacia de las soluciones normalmente germicidas, pero no irritantes, de hipoclorito, en forma de una inmersión mamilar posterior al ordeño, pueden eliminarse empleando, para la preparación de soluciones al 4 a 5% de cloro disponible, composiciones sólidas y estables, en polvo, de hipoclorito lítico, que se utilizan por simple disolución en agua de los polvos, fácilmente solubles, y utilizando estas soluciones directamente. Los hipocloritos líticos comerciales en forma de polvos secos que contienen de 10 a 50%, y preferentemente de 30 a 40%, en peso, de cloro disponible son muy estables y se guardan y manejan con seguridad. Sin embargo, existe generalmente algún álcali libre en forma de LiOH en los hipocloritos líticos comerciales, y este álcali libre, calculado como LiOH, debe mantenerse por debajo del 3%, y preferentemente por debajo del 0,5%, en peso. La gama preferida para la relación de cloro disponible a hidróxido (calculado como LiOH) no debe ser inferior a 60. Para este fin, si se desea usar, por ejemplo, el hipoclorito lítico corriente en el comercio, conocido como hipoclorito lítico ICA (LITHCOA), debe combinarse en seco el material con una cantidad de una sustancia ácida seca apropiada, un
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- fosfato ácido, un bicarbonato sólido o similar, en cantidad que reaccione con el exceso de álcali cuando se disuelva en agua la composición. Alternativamente, el álcali libre puede regularse en la fabricación inicial del producto seco de hipoclorito lítico, proporcionando igualmente un material seco en polvo que puede guardarse y usarse con facilidad en las granjas lecheras. En consecuencia, preparando soluciones para inmersión mamilar en las cantidades que se necesitan poco antes del uso, el granjero tiene la certeza de disponer de soluciones fundamentalmente desprovistas de componentes que causen irritación a las tetas. El hipoclorito lítico comercial puede contener cantidades variables de otros componentes además del LiOCl y del LiOH , como, por ejemplo, Li_2CO_3 , LiClO_3 , LiCl , NaCl , Na_2SO_4 , K_2SO_4 , que representan a la vez ingredientes naturales y diluentes sólidos. La presencia de estas sales no es objetable.

La tabla que sigue muestra la gama general y preferida de componentes que puede caracterizar los productos de hipoclorito lítico aptos para usar en las inmersiones mamilares:

<u>Componente</u>	<u>Gama</u>	<u>Gama preferida</u>
Cloro disponible (a partir de LiOCl) [*]	10 a 50% peso/peso	30-40% peso/peso
LiOH	0 - 3%	0-0,5%
Li_2CO_3	0,1- 5%	0,5- 2%
NaCl , Na_2SO_4 , K_2SO_4 ,		
LiClO_3 , LiCl y agua	hasta 100%	hasta 100%

* Como es típico de los hipocloritos, un átomo de cloro en el estado + 1 es equivalente a 2 átomos de cloro elemental ("cero"), dado que ambos se reducen a cloruro (Cl^- , " - 1 "). Así pues, desde el punto de vista de la acti-



vidad de cloro, cada parte en peso de LiOCl es equivalente a 1,22 partes en peso, aproximadamente, de cloro disponible.

5. Si se hallara que un producto comercial es apropiado en términos generales, pero muestra un contenido de álcali libre (LiOH) superior al 3% o, en otro aspecto, superior al nivel de álcali deseado como máximo en el producto, puede determinarse con facilidad la cantidad de material ácido sólido que ha de añadirse para contrarrestar el exceso de álcali.
10. Si se usa, por ejemplo, bicarbonato sódico como material ácido, se combinarán con el hipoclorito comercial sólido 3,5 partes en peso de bicarbonato sódico por 100 partes en peso del hipoclorito comercial para cada 1% de exceso de álcali (calculado como LiOH) que haya de neutralizarse.
15. Los ejemplos que siguen, que muestran la preparación de soluciones típicas de inmersión mamilar de acuerdo con este invento, proporcionan más plena comprensión del invento; pero debe entenderse que se dan únicamente a título ilustrativo y no limitativo.

20. EJEMPLO I

Se procura un polvo de hipoclorito lítico comercial que da el análisis siguiente:

<u>Componente</u>	<u>En peso</u>
LiOCl	30%
25. NaCl	34%
Na_2SO_4 } K_2SO_4 }	20%
LiCl	3%
LiClO_3	3%
30. LiOH	2%



<u>Componente</u>	<u>En peso</u>
Li_2CO_3	1%
H_2O	7%

5. Este producto, que proporciona alrededor del 35% en peso de cloro disponible y que tiene un contenido de LiOH inferior al 3%, es apto para usar en la preparación de soluciones desinfectantes. Añadiendo 460 gramos de este polvo a un recipiente vacío de un galón de capacidad, llenando el recipiente hasta el nivel de un galón con agua del grifo y agitando el contenido por unos 60 segundos, se obtiene una solución límpida que contiene alrededor de 4% en peso de cloro disponible y es apta para usar como inmersión mamilar.

10. Si se desean otras concentraciones de cloro disponible, solo es necesario simplemente variar la cantidad del polvo. Así, por ejemplo, 580 gramos del polvo diluidos con un galón de agua del grifo proporcionan una solución para inmersión mamilar que contiene alrededor de 5% en peso de cloro disponible; y cuatro onzas del polvo diluidas con un galón de agua del grifo proporcionan una solución que contiene alrededor de 1% en peso de cloro disponible.

EJEMPLO II

20. Disponiendo del polvo de hipoclorito lítico que se ha descrito en el Ejemplo I, se desea que el álcali libre efectivo (calculado como LiOH) se reduce hasta un 0,5% en peso. Para lograrlo, se combinan en seco 100 partes en peso del polvo y 5,25 partes en peso de bicarbonato sódico, hasta formar una mezcla uniforme. Esta mezcla, una vez disuelta en agua en la proporción de 485 gramos diluidos en un galón de agua, proporciona una solución que contiene 4% en peso de cloro disponible y alrededor de 0,06% en peso de álcali libre
- 25.
- 30.



(calculado como LiOH).

Este polvo modificado puede disolverse con facilidad en agua en cantidades apropiadas, tal como se ha descrito en el Ejemplo I, para formar soluciones de inmersión mamilar que son completamente seguras desde el punto de vista del álcali libre existente en las soluciones.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Cuando se preparan inmersiones germicidas para otros fines, como por ejemplo para la esterilización en frío de instrumentos, artículos de caucho, telas y otros productos sensibles al cloro, la cantidad de hipoclorito lítico utilizada es generalmente tal que proporciona alrededor de 0,01 a 1% de cloro disponible en una dilución de uso, o sea de 100 a 10.000 ppm de cloro disponible. Al tratar dichos materiales y artículos sensibles al cloro, un tratamiento germicida o esporicida eficaz puede abarcar, según el concentrado de cloro disponible, desde unos 5 minutos hasta 2 horas, y es deseable retirar de la solución de cloro dichos materiales y artículos al final del período de tratamiento, para reducir al mínimo el deterioro ocasionado por el contacto más prolongado con el cloro. Con frecuencia resulta sin embargo imposible o inconveniente efectuar dicha retirada a tiempo de los artículos de la solución de tratamiento.

Como un recurso para reducir al mínimo el deterioro que así puede producirse en los artículos sensibles al cloro, es deseable formular la dilución de uso germicida o esporicida con componentes reductores, para proporcionar una destrucción controlada del hipoclorito y del cloro disponible dentro de un intervalo práctico de tiempo, que puede ser del orden de 2 a 6 veces el período de contacto activo deseado para la inmersión germicida particular.



Es conveniente la existencia de agente amortiguador para establecer un pH regulado en la dilución de uso, generalmente dentro del intervalo de pH 4 a pH 10. Agentes amortiguadores típicos que pueden emplearse son, entre otros:

5.	<u>Amortiguador</u>	<u>pH aproximado</u>
	Bicarbonato sódico	pH 8-10
	Citrato sódico	pH 4-7
	Fosfato sódico (mezclas de sales simples y dobles)	pH 6-8

10. La selección del pH óptimo puede gobernarse por la selección del agente reductor tal como se describe seguidamente. El pH óptimo variará también de un caso a otro según el tipo y la sensibilidad de pH de los artículos que se sometan a tratamiento y el tipo de acción germicida y/o esporicida que se desee.
- 15.

El agente reductor debe ser un compuesto orgánico que contenga de 1 a 6 átomos de carbono y en el que cada átomo de carbono se oxide por sí mismo o se una a un átomo de carbono que esté oxidado, para formar una agrupación de la clase constituida por COOX, - CHO, - CH₂OH y =C=O, (donde X es hidrógeno o un catión formador de sal). Agentes reductores típicos englobados en esta clase son, entre otras: el ácido fórmico, el ácido oxálico, el ácido tartárico, el ácido láctico, el ácido glucónico, el ácido cítrico, la glicerina, el aldehído acético, el aldehído fórmico y la acetona.

20.

25.

La cantidad de agente reductor debe hallarse en la gama aproximada de 0,01 a 5%, peso/peso, respecto a la dilución de uso, y la cantidad efectiva está generalmente proporcionada a la cantidad de hipoclorito. El agente amortiguador

30. se halla solo en la cantidad necesaria para mantener el pH



deseado dentro de la gama de 4 a 10. Esta cantidad se halla generalmente dentro de la gama aproximada de 0,01 a 1%, peso/volumen, respecto a la dilución de uso

5. Según la cantidad específica de cloro disponible necesaria para la finalidad germicida o esterilizante y según el factor de seguridad específica que se requiere, el tiempo de la desaparición del cloro puede ajustarse de la manera siguiente:

10. Se disuelve en agua una cantidad de hipoclorito y se ajusta el pH entre 4 y 10, según se desee, utilizando un agente amortiguador apropiado. Se agrega luego una cantidad de sustancia reductora orgánica. Se retiran a continuación periódicamente porciones de la solución y se "templan" con un exceso de yoduro potásico y ácido acético, engendrando así una cantidad equivalente de yodo, que puede titularse con tiosulfato. Del perfil de cloro disponible frente a tiempo que así se obtiene, puede determinarse la cantidad apropiada de sustancia reductora orgánica para la finalidad perseguida.

20. Considerando las diversas variables que afectan al contenido de cloro disponible de las soluciones, debe reconocerse que la rapidez de reacción es de ordinario función de la concentración de cloro disponible y de agente reductor y puede depender también del pH. La temperatura es asimismo un factor, y el incremento de la temperatura tiende a abreviar tanto la acción germicida como el tiempo de desaparición del cloro. Así pues, los productos presentados para usos particulares de inmersión germicida deben llevar indicaciones que se refieran tanto a la dilución para el uso propuesto como a la temperatura aproximada para cada dilución de uso.



A causa de la reactividad inherente del hipoclorito y del agente reductor, es esencial que estos componentes se junten únicamente cuando se esté listo para preparar una dilución de uso. Los productos comerciales se presentarán por lo tanto generalmente como sistemas de dos componentes, con una cantidad de hipoclorito y la cantidad apropiada de componentes de reducción y amortiguación, separados uno de otro por diversos medios convencionales.

Los ejemplos que siguen contribuyen a la mejor comprensión de las composiciones de inmersión germicida que contienen componentes reductores y amortiguadores; pero debe entenderse que estos ejemplos se dan a título de ilustración y no de limitación.

EJEMPLO III

Se diluyeron en 100 cc de agua 1 gramo de hipoclorito lítico comercial, alrededor de 0,2 gramos de una mezcla de fosfato tampón y 0,5 gramos de formiato sódico, para formar una solución que contenía inicialmente 350 ppm de cloro disponible y presentaba un pH de 6,7. El contenido de cloro disponible se determinó periódicamente y se expone a continuación:

Ppm de cloro disponible en función del tiempo

TIEMPO	0	10 min	30 min	60 min	90 min
ppm de cloro disponible	350 ppm	265 ppm	145 ppm	48 ppm	<5 ppm

En experimentos separados, se halló que los mismos ingredientes, diluidos de la misma manera, eran a la vez germicidas y esporicidas y que además quedaban exentos de cloro en 90 minutos.

EJEMPLO IV

En una serie de experimentos separados, se diluyeron



5. en 100 cc de agua, a 25°C, 1,25 gramos de hipoclorito lítico, alrededor de 0,3 gramos de una mezcla de fosfato tampón y 0,5 gramos de las sustancias reductoras que se indican más abajo, para formar una solución que contenía inicialmente 438 ppm de cloro disponible y presentaba un pH de 6,7. A continuación se indica el cloro disponible en función del tiempo.

Ppm de cloro disponible en función del tiempo

<u>AGENTE REDUCTOR</u>	<u>0 min</u>	<u>10 min</u>	<u>30 min</u>	<u>60 min</u>	<u>90 min</u>
Citrato sódico	438 ppm	166 ppm	31 ppm	<1 ppm	-
10. Oxalato sódico	"	326	89	24	<1 ppm
Tartrato sódico	"	398	300	-	-
Gluconato sódico	"	392	-	-	-
Glicerina	"	417	394	343	280

15. Los resultados anteriores indican que el citrato sódico puede usarse cuando se desea rapidez extrema de la reducción del cloro, pero que cabe dar la preferencia al oxalato sódico cuando ha de prolongarse la actividad del cloro. La glicerina, el tartrato sódico y el gluconato sódico deben, para ser eficaces en la eliminación del cloro, utilizarse en proporciones de agente reductor a cloro disponible inicial superiores a la relación aproximada de 10/1 que se ha indicado antes.

EJEMPLO V

25. Para demostrar el efecto del pH en el coeficiente de pérdida de cloro, se hicieron preparaciones adicionales empleando 1,25 gramos de hipoclorito lítico comercial, alrededor de 0,5 gramos de una mezcla tampón y 0,5 gramos de sustancia reductora, diluido en 100 cc de agua a 25°C, para formar una solución que contenía inicialmente 438 ppm de cloro disponible y presentaba el pH que se indica a continuación,

30.



junto con los resultados al cabo de 10 minutos.

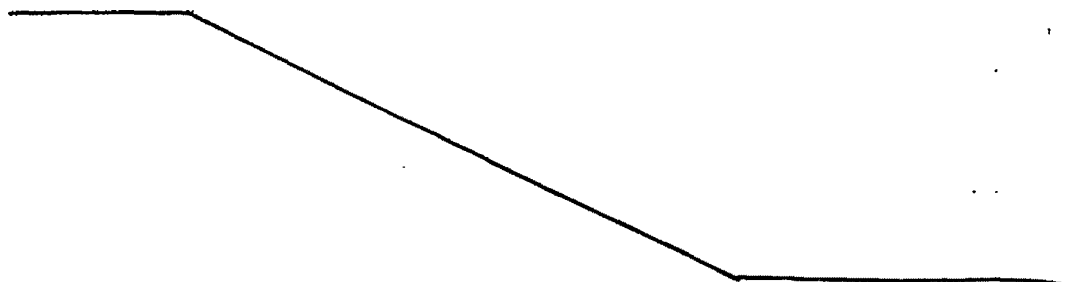
AGENTE REDUCTOR	pH	Cloro disponible inicial	Ppm de cloro disponible al cabo de 10 minutos
Oxalato sódico	4.7	438 ppm	119 ppm
5. Citrato sódico	4.7	"	130
Formiato sódico	4.7	"	390
Glicerina	4.7	"	420
Acetona	10	"	270
Acetona	6.7	"	430

10. Los resultados anteriores muestran que, aunque el rendimiento del citrato sódico no está muy mejorado al rebajar el pH de 6,7 a 4,7 (véase el Ejemplo anterior), el rendimiento del oxalato sódico sí está muy mejorado. Asimismo, la acetona es impropia para los fines de este invento con pH 6,7, pero es

15. apta con pH más alto. La glicerina no mejoró al pasar de 6,7 a 4,7, y el formiato sódico resultó de actuación más lenta por el mismo cambio de pH.

20. En las composiciones y procedimientos que aquí se han descrito para proporcionar soluciones mejoradas de inmersión germicidas caben diversos cambios y modificaciones por parte de los expertos en la materia, y en la extensión en que tales cambios y modificaciones están abarcados por las reivindicaciones anexas se entiende que forman parte del invento que aquí se ha expuesto.

25. = . =





N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran como no divulgadas ni practicadas en España, las siguientes reivindicaciones:

1. Procedimiento para la obtención de una composición sanitizante, para soluciones de inmersión mamilar en el tratamiento de la mastitis, caracterizado porque, a un concentrado seco de hipoclorito de litio, proporcionador de un 10 a un 50%, y preferentemente de 30 a 40%, en peso de cloro útil, y con un contenido máximo de hidróxido de litio equivalente a un 3%,
5. y preferentemente menor de 0,5%, en peso calculado como LiOH,
10. en forma tal que la relación cloro útil a hidróxido libre no sea inferior a 60, se incorpora, formando una composición homogénea, un material ácido sólido reaccionable con el hidróxido en solución acuosa, preferentemente bicarbonato;
15. y porque, a dicha composición, en solución de acción germicida, a dilución tal que proporcione de 0,01 a 1% de cloro útil, se incorpora un agente reductor orgánico, en cantidad tal que constituya de 0,01 a 5% peso/volumen respecto al volumen de dicha dilución, y un agente amortiguador proporcionador de un pH controlado en el intervalo de pH 4 a 10, en dicha dilución; disponiéndose la composición sólida de acción germicida, en forma
20. tal que el agente reductor y el amortiguador se mantienen separados del hipoclorito antes de efectuarse la solución.

2. Procedimiento, según la reivindicación anterior,
25. caracterizado porque el agente reductor orgánico de la composición germicida es un compuesto orgánico que contiene de 1 a 6 átomos de carbono y en el que cada átomo está, él mismo, oxidado o unido a un átomo de carbono que está oxidado, para formar una agrupación tomada de la clase constituida por

ME



-COOX, -CHO, -CH₂OH y =C=O, donde X es H o un catión formador de sal; siendo elegido dicho agente reductor entre los ácido oxálico o una sal de éste, ácido cítrico o una sal de éste y ácido fórmico o una sal de éste.

5. 3. Procedimiento para la obtención de una composición sanitizante.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 13 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 23 de Diciembre de 1970

p.a.

JAIMÉ ISERN

p. p.

Firmado: JOSE RODRIGUEZ

MCE