

401679

PATENTE DE INVENCION

Case 172.017.

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE	_____
SUBCLASE	_____



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UNA COMPOSICION

BIOCIDA.-

Int. Cl. ² : <u>AO1N, CO2D</u>

Solicitante HERBERT SCHWARTZ, de nacionalidad norteamericana, residente en 1963 N. Maurice River Parkway, Ciudad de Vineland, Estado de New Jersey, E.E.UU. de A.-

- La tendencia actual para el control de pestes o plagas es la de emplear composiciones sinérgicas que aumenten la eficacia del pesticida en vez de aumentar las dosis o la de desarrollar compuestos nuevos más tóxicos. Las mezclas sinérgicas se han empleado
- 5.



401679

comercialmente para herbicidas e insecticidas, pero no se han desarrollado comercialmente mezclas sinérgicas para propósitos fungicidas y bactericidas.

5. Se han empleados las sales orgánicas de mercurio y estaño para controlar las bacterias y los hongos pero no se emplean generalmente debido a su elevado grado de toxicidad y su prolongada persistencia. Se han empleado las sales de amonio cuaternarias para combatir las bacterias, los hongos y las algas
10. pero por lo general son demasiado débiles para la mayoría de las aplicaciones comerciales.

Es un objeto de la invención proporcionar composiciones bactericidas novedosas.

15. Es otro objeto de la invención proporcionar un método novedoso para matar bacterias.

Es un objeto ulterior de la invención controlar los olores causados por la descomposición bacterial de materia orgánica.

20. Estos y otros objetos y ventajas de la invención se harán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada.

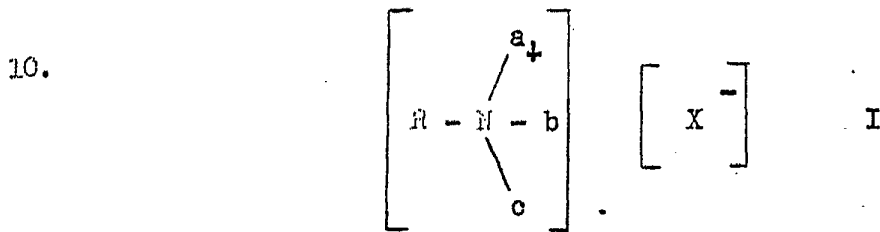
25. Las composiciones biocidas novedosas están formadas de una mezcla sinérgica de un compuesto de amonio cuaternario y un heterociclo tricíclico del tipo de jaula conteniendo cuatro átomos de nitrógeno. Las composiciones puede tener cualquier forma adecuada tal como las soluciones o suspensiones, rocíos, concentrados, emulsiones o polvos, etc.

30. Se sabe que varias sales de amonio cuaternarias son desinfectantes moderados y por lo general



5. se preparan haciendo reaccionar un alquil haluro, alquil sulfonato o sulfato con una base terciaria. Las sales usuales son los haluros tal como el cloruro y bromuro, los sulfatos, metosulfatos y etosulfatos y benceno sulfatos.

Entre las sales de amonio cuaternarias preferidas para las composiciones de la invención están aquellas que tienen la fórmula



15. en la cual R es un radical alifático de 12 hasta 20 átomos de carbono, X se selecciona del grupo que consiste de halógeno, sulfato, alquil sulfato inferior, benceno sulfonato y alquil benceno sulfonatos con 1 hasta 10 átomos de alquil carbono y a, b y c pueden ser diferentes y se seleccionan del grupo que consiste de alquilo inferior, fenil alquil inferior, fenoxi alquilo inferior, tenilo y hidroxil alquilo. Estos

20. y otras sales de amonio cuaternarias adecuadas se describen en el artículo de Schwartz y otros, Agentes Tensioactivos y Detergentes, Volumen II, 1958, página

25. 112 a 118.

Los heterociclos tricíclicos del tipo de jaula con cuatro átomos de nitrógeno se preparan mediante la condensación de formaldehído con amoníaco o una diamina primaria en que los dos grupos amino están separados por una cadena de alquilenos de 1 a 3 áto-

30.



401679

mos de carbono. Los ejemplos de diaminas adecuadas son etilendiamina, propilendiamina y la o-fenileno-diamina. La condensación del formaldehído y el amoníaco forma in situ un metilendiamina temporal. Los heterociclos específicos son hexametileno tetramina, 1,3,6,8-tetraazatriciclo (4,4,1,1^{3.8})dodecano y 4,5,9,10-dibenzo-1,3,6,8-tetraazatriciclo (4,4,1,1^{3.8})dodecano.

Los dos componentes individuales de la mezcla sinérgica tiene una débil actividad bactericida pero la combinación de los dos componentes da por resultado una composición bactericida que tiene una actividad mucho mayor que la suma de la actividad equivalente de los componentes individuales. Las composiciones contienen la sal de amonio cuaternaria y el heterociclo en una proporción por peso de 5:1 hasta 1:5, preferentemente de 2:1 hasta 1:2.

Las composiciones bactericidas de la invención pueden contener cualquier portador convencional tal como agua, alcanoles acuosos, solventes orgánicos; agentes humectantes; emulsificantes; perfumes; y otros ingredientes normales para composiciones bactericidas.

El método novedoso de la invención para matar bacterias comprende poner en contacto las bacterias con una cantidad letal de una composición sinérgica formada de una sal de amonio cuaternaria y un heterociclo tricíclico del tipo de jaula conteniendo cuatro átomos de nitrógeno. Las mezclas pueden emplearse en hospitales, en la agricultura, en el tratamiento de desperdicios almacenados, etc.

El método novedoso de la invención para evi-



- tar los olores debido a la descomposición bacteriana de materia orgánica comprende mezcla la materia orgánica con una cantidad bactericida de una composición de una sal de amonio cuaternaria y un heterociclo tricíclico del tipo de jaula conteniendo cuatro átomos de nitrógeno. La materia orgánica puede ser cualquier materia orgánica que produce olores no deseables al descomponerse. Unos ejemplos son la orina de los gatos y otros animales domésticos, excremento de aves, ganado bovino, caballos, etc., la basura, etc.
5. 10.

- En los siguientes ejemplos se describen varias modalidades preferentes para ilustrar la invención. Sin embargo, deberá comprenderse que la invención no pretende quedar limitada a las modalidades específicas.
- 15.

EJEMPLO I

- Se determinó la actividad bactericida empleando la prueba normal para la evaluación de compuesto de amonio cuaternarios descrita en los Métodos Oficiales de Análisis de la Asociación de Químicos de Agricultura Oficiales, décima edición (1965), página 80-82 con una exposición de 15 minutos a Pseudomonas aeruginosa PRD-10. Los compuestos evaluados con una dilución creciente fueron el cloruro de alquil dimetil bencil amonio en que el alquilo era una mezcla de C₁₂ hasta C₁₄ (A); tetramina de hexametileno (B) y una relación por peso de 1:1 de dicho cloruro y dicha tetramina de hexametileno (C). Los resultados se dan en la Tabla I + siendo ningún control y - siendo un control del 100%.
20. 25. 30.

401679



TABLA I

Concentración	A	B	C
5. 1:3200	-	+	-
1:6400	-	+	-
1:12800	+	+	-
1:25600	+	+	-
1:51200	+	+	+
10.			

La Tabla I muestra que en esta prueba la hexametileno-tetramina no tenía actividad bactericida pero aumentaba la actividad bactericida del cloruro de alquidimetileneozilamonio cuatro veces. Esta es una clara demostración de la actividad sinérgica.

EJEMPLO II

La prueba del Ejemplo I se repitió empleando como el heterociclo 1,3,6,8-tetraazatriciclo (4,4,1,1^{3.8}) dodecano (D) y una mezcla por peso de 2:1 de dicho heterociclo y dicho cloruro de amonio cuaternario (E) empleando como organismos de prueba Staphylococcus aureus (SA) y Salmonella typhosa (ST). Los resultados se dan en la Tabla II

25.

TABLA II

Concentraciones	SA			ST		
	A	D	E	A	D	E
1:1000	+	+	-	-	+	-
1: 5000	+	+	-	-	+	-
1: 10000	+	+	-	+	+	-
1: 15000	+	+	+	+	+	+
1: 20000	+	+	+	+	+	+
30.						

401679



5. Los resultados de la Tabla II muestran que las mezclas sinérgicas evaluadas son eficaces tanto contra las bacterias gram positivas como la gram negativas. El control eficaz del estafilococo aureo indica que la mencionada mezcla podría emplearse en soluciones para la limpieza de hospitales como un desinfectante.

10. Se repitieron las pruebas empleando como el heterociclo, 4,5,9,10-dibenzo-1,3,6,8-tetraazatriciclo (4,4,1,1^{3.8}) dodecano y se obtuvieron resultados de la prueba similares a aquellos de la Tabla II.

EJEMPLO III

15. Se agregó una mezcla de 25 partes por peso de hexametenotetraamina y 52 partes por peso de agua con agitación a una mezcla de 0.5 partes por peso de aroma, 10 partes por peso de un aditivo de óxido de polietileno - alquilfenol como emulsionante y 12.5 partes por peso de cloruro de alquil dimetilbencil amonio (alquilo de 12 hasta 16 átomos de carbono) para formar una solución clara. Se mezclaron 1 a 2 ml. de la solución con 453 gramos de material para la cama de gatos que fué empleada por dos gatos adultos dentro de un cuarto cerrado durante una semana. Durante este tiempo, no hubo señal del olor típico de la descomposición bacteriana de la orina.

EJEMPLO IV

30. Se preparó la solución del Ejemplo III la cual se rocío alrededor del interior de gallineros y particularmente sobre los pisos cubiertos de excrementos. Se eliminó el olor fuerte objetable del excremento de pollo



casi inmediatamente después de haber rociado la solución.

EJEMPLO V

5. Se mezcló una solución de 10 partes por peso de hexametenotetramina en 20 partes por peso de agua con una vigorosa agitación con una solución de 25 partes por peso de naftaleno metilado, 20 partes por peso de un aditivo de polioxietileno-alquifenol como un emulsionante, 12 partes por peso de
10. Culver IC 80 (cloruro de alquildimetilbencilamonio — alquilo de 12 hasta 18 átomos de carbono), 5 partes por peso de lincano, 5 partes por peso de aroma, 3 partes por peso de diclorobenceno y 1 parte por peso de 2-etil-1,3-hexanodiol para obtener una solución
15. concentrada de color pajiza.

20. Se vertió la cantidad de 460 cc. de esta solución dentro de un tanque conteniendo 20.5 litros de agua, y se roció la solución resultante sobre la basura y la parte interna de recipientes para basura.
25. Este tratamiento eliminó el olor de la basura en descomposición. Los recipientes y los lugares de los recipientes encerrados estaban localizados en fábricas enlatadoras, supermercados, loncherías, y el tiempo de las pruebas fué a medio verano. Fué interesante observar que la gente estaba consumiendo su alimento y bebidas estacionada cerca de los recipientes para la basura, los cuales en caso de no estar tratados hubieran estado produciendo olores desagradables.

401679



EJEMPLO VI

Se prepararon y se probaron las siguientes soluciones como inhibidores de los olores de la basura como en el Ejemplo V y se encontraron que eran eficaces para controlar el olor producido por las bacterias al descomponer la materia orgánica.

5.

Solución 1

- 10% por peso de hexametenotetramina
- 12% de Culversan LC 80 (CULVER CORP.)
- 10. 18% del Emulsionante del Ejemplo III
- 22% de Agua
- 4.5% de Aroma
- 2.5% de 2-etil-1,3-hexanodiol como repelente de insectos
- 2.5% de lindano
- 15. 4.0% de p-clorobenceno
- 24.5% de naftaleno metilado

Solución 2

- 4% por peso de p-clorobenceno
- 18% de Neutronyx 600
- 20. 2.5% de lindano
- 2.5% de repelente de insectos (N,N-dietil-m-toluamida)
- 10% de Culversan LC 80
- 12% de hexametenotetramina
- 5% de aroma
- 25. 22% de agua
- 24% de aceite mineral

Solución 3

- 20% por peso de hexametenotetramina
- 15% de Culversan LC 80
- 30. 10% del Emulsionante del Ejemplo III

401679



- 5% de aroma
- 5% de N,N-dietyl-m-toluanida
- 45% de agua

Ejemplo 4

- 5. 24% por peso de una base de petróleo
- 22% de agua
- 20% del Emulsionante del Ejemplo III
- 12% de Gulversan LC 80
- 10% de hexametileno tetramina
- 10. 5% de p-diclorobenceno
- 5% de aroma
- 2% de 2-etil-1,3-hexanodiol

Pueden hacerse varias modificaciones de los productos y composiciones de esta invención sin salirse del espíritu ni alcance de la misma, y deberá comprenderse que la invención solamente quedará limitada como se define en las cláusulas anexas.

NOTA

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. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Norteamérica, con fecha 3 de mayo de 1.971, bajo el número Ser. 139.844; 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

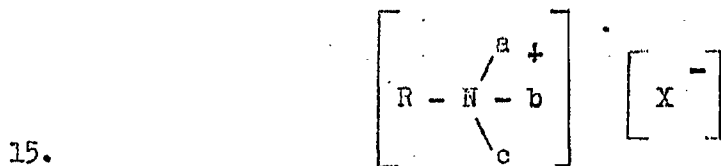
401679



años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE UNA COMPOSICIÓN BIOCIDA; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1.- Procedimiento para la obtención de una composición biocida, caracterizado porque comprende formar una mezcla sinérgica de un compuesto de amonio cuaternario y un heterociclo tri-cíclico del tipo de jaula conteniendo cuatro átomos de nitrógeno.

10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la sal cuaternaria de amonio tiene la fórmula



20. en la cual R es un radical alifático de 12 hasta 20 átomos de carbono, X se selecciona del grupo que consiste de halógeno, sulfatos, alquil sulfato inferior, sulfonato de benceno y sulfonatos de alquil benceno con 1 hasta 10 átomos de alquil carbono y a, b y c pueden ser diferentes y una seleccionada del grupo que consiste de un alquilo inferior, un fenil alquilo inferior, un fenoxi alquilo inferior, tenilo e hidroxil alquil.

25. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el heterociclo es hexametileno-tetramina.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el heterociclo es 1,3,6,8 tetraazatriciclo (4,4,1,1^{3.8}) dodecano.

30. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1,

mce

401679



caracterizado porque el heterociclo es 4,5,9,10-dibenzo-1,3,6,8-tetraazatriciclo (4,4,1,1^{3.8}) dodecano.

5. 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la sal de amonio cuaternaria y el heterociclo se mezclan en una proporción en peso comprendida entre 5:1 y 1:5.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la relación es de 2:1 hasta 1:2.

10. 8.- Procedimiento para la obtención de una composición biocida, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 12 ABR. 1972

HERBERT SCHWARTZ.-

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO
S. R. Elmadet L. Gasta Ferragudón

ME