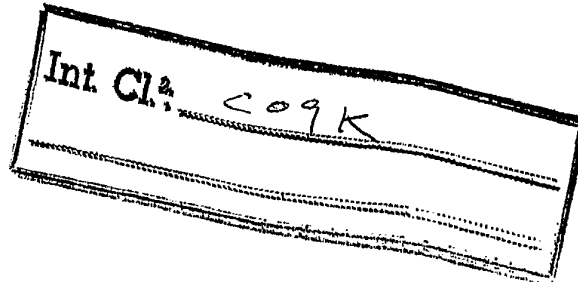
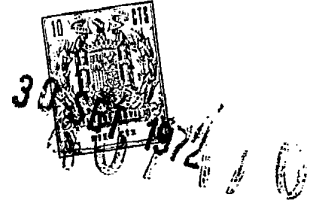


407 170



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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES PULI-
MENTADORAS DE SUPERFICIES DURAS", a favor de la firma esta-
dounidense AMERICAN HOME PRODUCTS CORPORATION, residente
en 685 Third Avenue, New York, N.Y. 10017 (EE. UU.)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a composiciones limpiado-
ras y/o pulimentadoras de superficies duras que contienen
un éter hidroxí-difenílico halogenado.

- No es nuevo el empleo de un agente antimicrobiano
5. en una composición pulimentadora o limpiadora de superfi-
cies duras, tal como un pulimentador del suelo. Por lo ge-
neral, estas composiciones adolecen de uno o más inconve-
nientes debido a que el agente antimicrobiano (1) interfiere
o disminuye importantes características de calidad como
 10. es el brillo (2) sustrae del producto la estabilidad por

407 170

- 2 -



- la separación o precipitación de ingredientes en la emulsión (3) ofrece un nivel de toxicidad que produce irritación al entrar en contacto con la piel (por ejemplo, al arrastrarse los niños sobre el suelo encerado conteniendo agente antimicrobiano) y (4) proporciona acción efectiva de escasa duración: en otras palabras, el lavado del suelo encerado o el intenso caminar sobre éste produce rápidamente una disminución o pérdida total de la acción antimicrobiana.
- 5.
10. Por consiguiente, un aspecto del presente invento consiste en proporcionar una composición para el pulimento y/o limpieza de superficies duras que conserva su acción antimicrobiana durante un largo período después de su aplicación.
15. Otro aspecto del presente invento consiste en proporcionar composiciones para el pulimento del suelo y su conservación que no disminuyen las características en calidad deseadas en una composición de esta índole, no interfieren en la estabilidad del producto y tienen un reducido grado de toxicidad de modo que no producen irritación alguna.
20. Todavía otro aspecto del presente invento consiste en proporcionar una composición pulimentadora del suelo clara y de base acrílica que contiene un éter hidroxi-difenílico halogenado como agente antimicrobiano.
25. Un aspecto adicional del presente invento consiste en proporcionar una composición pulimentadora y/o limpiadora de superficies duras que contiene una cantidad antimicrobiana efectiva de 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxi-difeni-

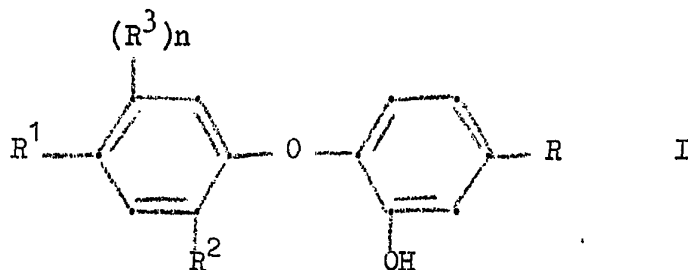


leter.

Estos y otros aspectos del presente invento resultarán obvios a partir de la descripción que sigue :

- Los productos del presente invento comprenden
5. composiciones pulimentadoras y/o limpiadoras de superficies duras, de preferencia, una composición pulimentadora y/o limpiadora del suelo que contiene un agente antimicrobiano. Los agentes antimicrobianos utilizados en las composiciones para superficies duras del presente invento son
10. compuestos conocidos del arte anterior. Estos compuestos, su preparación y propiedades se describen en la patente estadounidense 3.506.720 de la que se hace mención como referencia. Los éteres hidroxi-difenílicos halogenados útiles en el presente invento vienen representados por la fórmula

15.



20.

- en donde R es un miembro elegido de la clase constituida por cloro y bromo; R¹ es un miembro elegido de la clase constituida por cloro y bromo; R² es un miembro elegido de la clase constituida por hidrógeno, cloro y bromo; R³
25. es un miembro elegido de la clase constituida por hidrógeno, cloro, bromo y alquilo (inferior); y n es uno de los números enteros 1 y 2.

Los agentes antimicrobianos preferidos que se

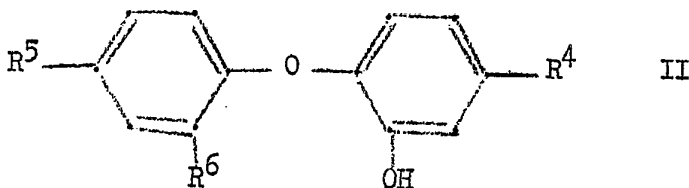
407170

- 4 -



incorporan en las composiciones pulimentadoras y/o limpiadoras de superficies duras del presente invento vienen representados por la fórmula

5.



10.

en donde R^4 es un miembro elegido del grupo constituido por cloro y bromo; R^5 es un miembro elegido del grupo constituido por cloro y bromo; y R^6 es un miembro elegido del grupo constituido por hidrógeno y cloro.

El compuesto preferido corresponde al de la fórmula II en donde cada uno de R^4 , R^5 y R^6 es cloro.

15.

Las composiciones pulimentadoras de superficies duras de este invento contienen como ingredientes principales (por ciento en peso de sólidos):

Constituyente	Proporción (% sólidos)
20. A. polímero o copolímero insoluble en agua de base acrílica (formador de película)	5 - 90
B. resina soluble en álcalis o soluble en ceras	0 - 90
C. cera	0 - 95
D. plastificantes, emulsificantes o agentes dispersantes	0,5 - 25
25. E. agente antimicrobiano	1 - 20
F. Agua para llevar el total de sólidos de 10 a 50% en peso en la composición	
G. alcohol inferior	0 - 20

407 170

- 5 -



1972

- La cantidad de resina soluble en álcalis o soluble en ceras presente puede oscilar entre 0% y 100% aproximadamente en peso del polímero o copolímero insoluble en agua de base acrílica, de preferencia entre 10% aproximadamente y 50% aproximadamente en peso. En caso de que en la composición se encuentre presente una cera su contenido no debe exceder, de preferencia, del 40% en peso del polímero o copolímero insoluble en agua de base acrílica y se emplea, de preferencia, en la proporción de 0,3 aproximadamente a 10% aproximadamente en peso del polímero o copolímero insoluble en agua de base acrílica. Sin embargo, el contenido de cera puede exceder el 50% en peso del polímero o copolímeros insoluble en agua cuando se desee un pulimento muy denso de cera. El plastificante se emplea en una cantidad comprendida entre 0% aproximadamente y 100% aproximadamente en peso del polímero o copolímero insoluble en agua de base acrílica, de preferencia entre el 5% aproximadamente y el 75% aproximadamente en peso. El o los agentes emulsificantes y/o dispersantes se encuentran presentes para desempeñar sus bien conocidas funciones y, como es habitual en este arte, están presentes en una cantidad suficiente para formar una emulsión estable del formador de película en el vehículo acuoso. La cantidad de agente emulsificante y/o dispersante está comprendida, por lo general, entre 0,05% aproximadamente y 2% aproximadamente en peso del polímero o copolímero insoluble en agua de base acrílica cuando en la formulación no se encuentra presente cera. Cuando en la formulación se encuentra presente una cantidad sustancial de cera puede emplearse una canti-
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

407 170

- 5 -



dad tan elevada como del 50% en peso del agente emulsifi -
cante y/o dispersante basado en el peso del polímero o copo-
límero insoluble en agua de base acrílica.

- Los agentes antimicrobianos del presente invento
5. comprendidos en la fórmula I se emplean en la composición con una concentración mínima del 0,5% en peso del peso total de la formulación pulimentadora del suelo, siendo la cantidad preferida de 0,75 a 2,5% aproximadamente en peso. Sin embargo, pueden utilizarse concentraciones superiores.
10. Las composiciones pulimentadoras de suelo preferidas del presente invento contienen del 10% aproximadamente al 25% aproximadamente en peso de sólidos en donde los sólidos comprenden, por lo menos, el 60% en peso del polímero o copolímero insoluble en agua de base acrílica y del
15. 1 al 15% aproximadamente en peso del agente antimicrobiano. Una composición asimismo preferida es la que contiene del 5 al 20% aproximadamente en peso de la composición total de un alcohol inferior como el isopropanol y el metanol. Especialmente preferida es la comprendida entre 5 y 10% aproxima-
20. damente en peso de la composición total de un alcohol inferior. La presencia del alcohol inferior retarda el deterioro de las propiedades niveladoras inherentes en las composiciones pulimentadoras de suelo de este invento. Debe destacarse que la adición de alcoholes inferiores como alcohol n-propílico, butanol e isobutanol aumentan la viscosidad de la composición pulimentadora de suelos. Sin embargo, este aumento no afecta las propiedades niveladoras incrementadas por la adición de dichos alcoholes. El isopropanol y el metanol no aumentan la viscosidad de la composi-
- 25.



ción pulimentadora de suelos.

- Las ceras que son útiles en las formulaciones del presente invento incluyen ceras animales, vegetales, minerales y sintéticas y materias sucedáneas. Estas ceras son bien conocidas en este arte e incluyen: cera de abejas, microcristalina, microcristalina oxidada, parafina, montana, cerasina, ozoquerita, cera de china, mirica cerífera, espermoceiti, carnauba, candelilla, oricuri, palma, cera de ballena, cerasina, ácido esteárico, caña de azúcar, esparto, lanolina, polietileno, (por ejemplo, polietilenos oxidados, polietilenos carboxilados, polietilenos cristalinos, etc.) y telómeros de etileno con compuestos orgánicos saturados con - teniendo únicamente carbón, hidrógeno y oxígeno, por ejemplo, un alcohol, aldehído, cetona, ácido, éster, ortoéster, anhídrido de ácido, éter o acetal, como se describe en la
- 5.
- 10.
- 15.
- patente estadounidense nº 2.395.392.

- Se prefieren ciertas ceras emulsificables de polietileno de bajo peso molecular para utilizar en una formulación ópticamente clara o "transparente". Ejemplo de ceras de esta índole son las que se encuentran en el comercio bajo las marcas "AC-392" y "AC-394". Estos tipos de ceras que ya están emulsificadas tienen un peso molecular comprendido entre 1500 y 3500 aproximadamente y una densidad de 0,99 aproximadamente.
- 20.

- Las resinas solubles en cera y solubles en álcalis incluyen aquellas que son bien conocidas en el arte para la incorporación en las composiciones pulimentadoras y/o limpiadoras de suelos. Como ejemplo de tales resinas tenemos los copolímeros de estireno con, por lo menos, un ácido
- 25.



- o anhídrido alfa-beta monoetilénico insaturado como las resinas de estireno-ácido acrílico, o resinas de estireno-anhídrido maléico; goma laca, goma de manila, goma loba, resina de madera, resinas de terpeno fenólicas, resina de tall-oil;
5. alquidales solubles en álcalis, que son, esencialmente, poliésteres de ácidos dicarboxílicos alifáticos con alcoholes polihídricos alifáticos que pueden modificarse con ácidos grasos C_8-C_{18} , ésteres de glicerol de ácidos grasos C_8-C_{18} , y ácidos de resinas. Ejemplos de ácidos dicarboxílicos in-
10. cluyen el maléico, fumárico, adípico, sebácico, etc. Los alcoholes polihídricos incluyen, glicerol, pentaeritritol, dietilenglicol y trietilenglicol; compuestos de adición de resina-anhídrido maléico modificados con polioles y compuestos de adición de resina-ácido fumárico modificados con polioles.
15. La resina soluble en álcalis se adiciona, por lo general a la formulación pulimentadora como una fracción de resina que es una solución alcalino acuosa obtenida por solubilización de la resina soluble en álcalis con una sustancia alcalina como el hidróxido amónico.
20. Las resinas preferidas son los copolímeros de estireno-anhidro maléico de bajo peso molecular. Estos materiales se encuentran en el comercio con la denominación de resinas "SMA". Los materiales de esta índole tienen las propiedades siguientes: peso molecular comprendido entre
25. 1600 y 2500 aproximadamente; una fusión que oscila entre los 115° y $155^{\circ}C$ aproximadamente; un número de ácido comprendido entre 220 y 275 aproximadamente; una viscosidad de 24 a 52 aproximadamente (centipoises) en solución amónico acuosa (15% de sólidos) y proporción de estireno: anhídri-

407 170
1972

do maléico de 1:1 a 4:1, de preferencia 1:1 a 3:1.

- Los monómeros utilizados para preparar los polímeros o copolímeros acrílicos son los ácidos monocarboxílicos de tipo acrílico y los ésteres de tipo acrílico. Los ésteres de tipo acrílico son o bien los metacrilatos o los acrílicos.
5. Entre los ésteres de tipo acrílico útiles se encuentran los acrilatos y metacrilatos alifáticos de cadena lineal y ramificada con 1 a 18 átomos de carbono en el grupo alifático. Como ejemplos tenemos el acrilato etílico, el acrilato butílico, el acrilato 2-etil-hexílico, el metacrilato butílico, el metacrilato etílico, el metacrilato metílico, el metacrilato alquílico, el acrilato crotilico, el metacrilato crotilico, el acrilato etalílico y el dimetacrilato. Otros ésteres apropiados se resumen en el arte anterior como, por ejemplo,
10. en la patente estadounidense nº 3.308.078. Otros ésteres de tipo acrílico han sido asimismo propuestos como el acrilato alfafenílico, cloroacrilato alfa alquílico, diacrilato glicé-
rílico, diacrilato de glicol, etc. Los ácidos monocarboxílicos de tipo acrílico son, de preferencia, el ácido acrílico
15. y el ácido metacrílico.
- 20.

- Los polímeros o copolímeros de base acrílica utilizados en las composiciones del presente invento pueden contener hasta el 25% en peso de un componente no acrílico como el estireno, estireno sustituido por alquilo inferior (por ejemplo, estireno metílico, estireno etílico, etc.),
25. ácidos itacónicos.

El sistema acrílico preferido es un copolímero totalmente acrílico como el basado en la reacción de ácido acrílico con un metacrilato de alquilo inferior (por ejemplo, meta-

407 170

- 10 -



- acrilato metílico) y un acrilato de alquilo inferior (por ejemplo, acrilato butílico). Estos sistemas y su método de preparación para el empleo en composiciones pulimentadoras de suelos se conocen en el arte tales como los representados
5. en la patente canadiense nº 868.423 de la que se hace men -
ción como referencia.

- Entre los agentes emulsificantes y dispersantes que son útiles para la dispersión del formador de película en el vehículo acuoso los que siguen son bien conocidos y se utilizan normalmente en este arte: 2-pirrolidona, trietanolamina, sales de morfolina de ácidos grasos de 12-18 átomos de carbono como oleato y estearato de morfolina.
10. Acetatos de aminas n-primarias con 12-18 átomos de carbono en la cadena amínica tales como acetato de n-dodecilamina, acetato de n-octadecilamina, acetato de n-octadecenilamina
15. y acetato de n-octadecadienilamina. Los monoésteres de polietilenglicoles y ácidos grasos de 12-18 átomos de carbono como el monooleato de hexaetilenglicol, alcoholes de poliéter arílicos alquilados, jabones metalalcalinos de áci-
20. dos grasos de 12-18 átomos de carbono, jabones de álcalis como alcanolaminas, borax, morfolina, amoníaco, metales al-
calinos y similares con ácidos tales como el ácido oléico, aceit. rojo, ácidos grasos con mezcla de amino, sulfosuc-
cinato sódico de di-n-octilo, condensado de ácido oléico
25. de óxido de polietileno, sal sódica de un sulfato alquíli-
co secundario, alcoholes de poliéter aril alquílicos, alco-
holes de polieter arílicos. El emulsificador puede elaborarse en el componente cérico o puede adicionarse como un componente separado a la formulación pulimentadora.

407170

- 11 -



407170

- Los plastificantes utilizados son materias bien conocidas y en muchos casos actúan, asimismo, como agentes niveladores (por ejemplo, producen una nivelación de la película). Los plastificantes apropiados incluyen fosfato tributoxi etílico, diacetina, diacetato de dietilenglicol, fosfato tricresílico, ftalato dibutílico, glicolato butil-ftalil-butílico, glicolato metil-ftalil-etílico, di-2-etilhexanoato de trimetilenglicol, di-2-etil-butirato de trimetilenglicol, etc. Otros agentes niveladores apropiados incluyen glicoles como propilenglicol, etilenglicol y similares.
- 5.
- 10.

Las composiciones pulimentadoras y/o limpiadoras de suelos del presente invento tienen un pH comprendido entre 7,5 aproximadamente y 9,5 aproximadamente.

- En las composiciones pulimentadoras y/o limpiadoras del presente invento pueden incorporarse otros ingredientes convencionales que incluyen agentes blanqueadores (por ejemplo, metabisulfito sódico), colorantes, etc.
- 15.

Los ejemplos que siguen, en los que las partes y porcentajes son en peso, ilustran el invento.

20. EJEMPLO 1.-

El procedimiento para preparar la formulación pulimentadora es como sigue:

a) Solución de resina

- 80 partes en peso de agua caliente se calientan en un recipiente de acero inoxidable a 130°F y se adiciona con agitación unas 2,25 partes en peso de agua amoniacal (28-30%) seguido de la adición de 15 partes en peso de resina "SMA-2625-A". Después de adicionarse toda la resina se añaden 2,25 partes en peso adicionales de amoníaco y se
- 25.

407 170

- 12 -



continua la agitación hasta que toda la resina queda disuelta. La temperatura, durante esta operación de preparar la solución de resina, se mantiene entre 130 y 140°F. Después de la disolución de la resina se enfría la solución. La solución de resina contiene el 15% en peso del total de sólidos y tiene un pH comprendido entre 9,4 y 9,7 y un color 0,8 (Gardner).

b) Emulsión de cera.

Se carga una caldera de presión con 18,03 partes en peso de "AC-394", 5,62 partes en peso de "Triton X-100", 1,38 partes en peso de hidróxido potásico (escamas 90-92%), 0,17 partes en peso de metabisulfito sódico seco (purificado) y 37,40 partes en peso de agua. Esta mezcla se agita y calienta a 203°F con agitación. Se prosigue la agitación durante unos 30 minutos a 302°-311°F. Se adiciona a la caldera de presión con agitación otras 37,4 partes en peso de agua precalentada a 203°F y luego se enfría la mezcla rápidamente mientras se agita. La emulsión de cera contiene el 25% aproximadamente de sólidos y tiene un pH comprendido entre 8,5 y 9,0.

c) Preparación de la formulación pulimentadora de suelos.-

En un tanque mezclador de acero inoxidable se adicionan consecutivamente, con buena agitación, los ingredientes que se identifican seguidamente con 1 a 7 y 10, habiéndose disuelto primero el agente antimicrobiano en el éter monometílico de dipropilenglicol. La mezcla de los ingredientes se agita durante unos 15 minutos, seguido de la adición de 1,784 partes en peso de la emulsión de cera preparada como se ha descrito previamente y 0,15 partes en peso de formal-



- dehido (37%). Se agita la mezcla durante 15 minutos seguido de la adición de 0,892 partes en peso de agua amoniacal. Se prosigue la agitación durante 40-45 minutos más. La formulación pulimentadora de suelos resultante se filtra a través de un filtro apropiado de 50 micras para eliminar las impurezas. La formulación pulimentadora de suelo tiene las siguientes propiedades. Total de sólidos -19,79%, ph -8,7-9,1; sp. gr. 20/20°C - 1,0404; claridad final con luz -mínimo 500 kopke; claridad final sin luz - mínimo 250 kopke; color final: 1,5 (Gardner Delta - 212).

	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
	1. Agua	40,813 - 39.813
	2. metabisulfito sódico, secco	0,119
	3. "Rhoplex B-505" (40% de sólidos)	35,679
15.	4. "SMA - 2625A" solución de resina	11,893
	5. eter monometílico de dipropilenglicol	5,847
	6. caprolactama	1,89
	7. fosfato de tributoxi-etilo	1,784
	8. emulsión de cera de polietileno "AC - 394"	1,784
20.	9. agua amoniacal (28-30% NH ₃)	0,892
	10. 2,4,4'-tricloro-2-hidroxi-di-fenil éter	0,50

EJEMPLO 2A.-

25. Se prepara una composición pulimentadora de base acrílica clara, como en el ejemplo 1, conteniendo el 30% de sólidos y con los siguientes ingredientes:

	<u>Componente</u>	<u>partes en peso</u>
	Agua	19,9
	metabisulfito sódico seco	0,238
	"Rhoplex B-505" (40% de sólidos)	71.358

407170

- 14 -



407170

	Solución de resina "SMA-2625"	19,158
	éter monometílico de dipropilenglicol	11,694
	caprolactama	2,378
	fosfato de tributoxi-etilo	3,568
5.	emulsión de cera de polietileno "AC-294"	3,568
	agua amoniaca	1,784
	2,4,4'-tricloro-2'-hidroxi-di-fenil éter	1,50

EJEMPLO 2B.-

- Se prepara otra formulación típicamente pulimentadora, transparente, totalmente de base acrílica, conteniendo los ingredientes siguientes :

	<u>Componente</u>	<u>partes en peso</u>
	1. Agua	4,1
	2. "SMA 2625A" (15% de sólidos)	3,0
15.	3. Crilicon 642: (40% de sólidos)	2,4
	4. caprolactama	1,5
	5. carbitol	1,5
	6. fosfato tributoxiético	1,0
	7. emulsión de polietileno "AC-394" (15 % de sólidos)	5,0
20.	8. "FC-128" (1% de sólidos)	0,5
	9. amoniac	a pH 8,6-8,8
	10. agente bactericida del ejemplo 1	0,75

- El agua se calienta a unos 160-180°F y se carga en un tanque. Se adiciona el agua el componente 2 seguido del componente 3. A continuación se adicionan los componentes 4,5,6 y 8 y se ajusta el pH a 8,6 - 8,8 después de lo cual se adiciona la emulsión de polietileno "AC-394" y se agita la solución hasta que clarifica, habiéndose di-



suelto previamente el componente 10 en el componente 5.

EJEMPLO 2C.-

Puede prepararse una formulación pulimentadora transparente conteniendo los ingredientes siguientes :

5.	<u>Componente</u>	<u>partes en peso</u>
	1. "Crilicon 642" (15% de sólidos)	85
	2. Solución de pentaeritritol (15% de sólidos)	10
	3. Emulsión de polietileno "AC-540" (15 % de sólidos)	5
10.	4. fosfato de tributoxietilo	0,9
	5. carbitol	2,5
	6. 2-pirrolidona	0,5
	7. "FC-128" (1% de sólidos)	0,5
	8. amoniaco	a pH 8,2-8,5
15.	9. agente bactericida del ejemplo 1	0,75

Esta formulación se prepara de igual modo que la descrita en el ejemplo 2.

EJEMPLO 3(A) y 3 (B).-

20. Se preparan una serie de formulaciones pulimentadoras de suelos, como en el ejemplo 1, conteniendo los mismos ingredientes pero variando la proporción de éter 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxi-difenilico en la forma siguiente :

25.		<u>% en peso</u>
	3 (A)	0,25
	3 (B)	1,00

EJEMPLO 4.-

Otro pulimentador de suelos acrílicos y claro se ilustra mediante la formulación siguiente:



407170

	<u>Componente</u>	<u>Partes en peso</u>
	Agua	63,4
	"SMA 2625A"	4,5
	caprolactama	3,0
5.	hidróxido amónico (28% de amoníaco)	1,7
		<u>Partes en volumen</u>
	fosfato de tributoxi-etilo	1,8
	FC-128 (% de sólidos)	0,5
	"Crilicon WW-100L"	25,3
10.	éter 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxi-fenílico	0,75

EJEMPLO 5(A) y 5(B).-

Otros pulimentadores acrílicos claros se ilustran mediante las formulaciones siguientes :

	<u>(A) Componente</u>	<u>Partes en peso</u>
15.	Agua	50,00
	Solución "SMA-1725A" (15% de sólidos)	20,00
	"Lucidene"(40% de sólidos)	30,00
	fosfato tributoxi-etílico	1,00
	2-pirrolidona	0,50
20.	N-metil-2-pirrolidona	0,80
	carbitol	4,00
	agente antimicrobiano del ejemplo 1	1,00
	el pH final se ajusta a	9,0 - 9,2
		<u>Partes en peso</u>
25.	"Richamer R-800" (18% de sólidos)	70,00
	"SMA-1725" (18% de sólidos)	30,00
	fosfato tributoxi-etílico	2,1
	carbitol	4,8
	agente antimicrobiano del ejemplo 1	1,8



EJEMPLO 6.-

Un pulimentador de elevado contenido de cera se ilustra en la formulación siguiente :

<u>Emulsión de cera al 30%</u>		<u>Partes en peso</u>
5.	"Efton D Super"	50,0
	polietileno "AC-540"	50,0
	"Emulphor ON-870"	5,0
	ácido graso o ácido oleico tall-oil refinado	3,0
10.	hidróxido potásico (a) 48%	5,0
	etanoles etilamino # 161	5,0
	agua a 200°F	245,0
<u>Formulación pulimentadora</u>		<u>Partes en peso</u>
	emulsión de cera (a) 14%	60,0
15.	"SMA-2625A" (a) 14%	20,0
	fosfato tributoxietílico	0,5
	carbitol	1,0
	"FC-128" (1% de sólidos)	1,0
	agente antimicrobiano del ejemplo 1	0,75

EJEMPLO 7,-

20. Se ensaya una formulación pulimentadora de suelos, de conformidad con el ejemplo 1, conteniendo diversas concentraciones (0,0 - 1%) de éter 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxidifenílico, para determinar su acción antimicrobiana, cuyo ensayo se efectúa como sigue; se aplica 0,03 cc de la formulación pulimentadora a baldosas de 1-1/8" x 1-1/8" (equivalente a 2 cc sobre baldosas de 9" y 9"). Estos cuadrados se ensayan subsiguientemente según el método de ensayo .

25. AATCC 90-1965 (zona de ensayo de inhibición). La opción



de refrigeración indicada en el método de ensayo no se utiliza. Los resultados se indican en la tabla 1 que sigue :

TABLA I

5.	Zona de inhibición (mm)						
	Agente anti microbiano %	Asfalto		Vinilo		Amianto vinili co	
		S.aureus	E.coli	S.aureus	E.coli	S.aureus	E.coli
	0,0	0	0	0	0	0	
	0,1	0	0	0	0	0	
10.	0,25	0	2	0	0	1	
	0,50	2	4	0	3	4	
	0,75	-	-	4	-	2-3	
	1,00	6	6	4	4	6	
15.	baldosa sin encerar	0	0	0	0	0	

Los resultados indican que es necesaria una concentración mínima de 0,5 % de agente antimicrobiano para lograr actividad bacteriostática.

20. Se preparan pulimentadores de cera para suelos, como se ha descrito en el ejemplo 1, sustituyendo el éter 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxi-difenílico por ciclohexil-sulfamato de dimetil-bencil-amonio (80% en agua) con concentraciones que oscilan entre 0,0 y 0,50% en peso. Se adicionan 0,5 cc de la formulación a 1" cuadrada de papel de filtro estéril y baldosa de caucho dejando que seque por completo.

25. La actividad bacteriostática residual se mide contra Staph. aureus y E. coli. Los resultados se indican en la tabla que sigue:



TABLA II

Superficie	Estéril(s), no estéril(NS)	Agente anti microbiano 0-0,50%	Zonas de inhibición(mm)	
			S.aureus	E. coli
5. Filtro de papel	S	0	ninguna zona	ninguna zona
Filtro de papel	S	0.5	"	"
Baldosa de caucho	S	0	"	"
10. Baldosa de caucho	S	0.5	"	"
Baldosa de caucho	NS	0	"	"
Baldosa de caucho	NS	0.5	"	"

EJEMPLO 8.-

15. Se efectuaron ensayos para demostrar la prolongada duración de la actividad antimicrobiana de la formulación pulimentadora de suelos del ejemplo 1 conteniendo 0,50% del agente antimicrobiano, en la forma siguiente :

20. Se embadurnaron baldosas de amianto vinílico de 9" x 9" con 1 cc de una formulación pulimentadora conteniendo 0,50% de la composición antimicrobiana del ejemplo 1. Cuatro de estas baldosas (muestra a) se examinaron para zonas de inhibición como se ha descrito previamente bajo condiciones de uso actuales a 700 pasos/día durante 13 días y las

25. otras cuatro baldosas (muestra b) que no se sometieron al tránsito se examinaron, asimismo, para zonas de inhibición al cabo de 13 días. Los resultados promedios se representan en la tabla que sigue :



TABLA III

Mues- tra	Agente antimicrobiano %	Zonas de inhibición (mm)	
		S. aureus	E. coli
5. a	0,50	vestigio	1
b ⁺	0,50	2	2

+) control - no transitadas.

EJEMPLO 9.-

10. La baldosa impregnada con la formulación pulimentadora del ejemplo 1 conteniendo el 50% en peso de ingrediente activo se somete a un transito de 13 días como se ha descrito en el ejemplo precedente después de lo cual se lava con agua y limpiadores de suelo comerciales. Los resultados se indican a continuación :

15.

TABLA IV

Mues- tra	Agente antimicrobiano	Producto de limpieza utilizado	Zonas de inhibición (mm)	
			S. aureus	E. coli
20. 1	0,50 %	"Spic & Span" (a)	1	2
2	ninguno	"	0	0
3(b)	0,50 %	"	2	3
4	0,50 %	"Top Job"(c)	1	2
5	ninguno	" "	0	0
6(b)	0,50 %	" "	3	3
25. 7	0,50 %	agua	1	1
8	ninguno	"	0	0
9(b)	0,50 %	"	2	2

(a) - 1/2 taza a 2 galones de agua (1,4 % aproximadamente)
Spic & Span (Proctor & Gamble).



(b) - Sin transito (control), únicamente lavado

(c) - 1/4 de taza a 1 galón de agua (1,5% aproximadamente)

"Top Job" (Proctor & Gamble).

EJEMPLO 10.-

5. Las cualidades de actuación del pulimentador de suelos del ejemplo 1 se ensayaron conteniendo diversas concentraciones del agente antimicrobiano utilizado en dicho ejemplo. Los resultados se indican a continuación:

TABLA V

10.

Agente antimicrobiano	Brillo + (balda de vinilo negra)	Igualación	Pulverización
0.	87	Excelente	Ninguna
0.1	86	"	"
0.5	87	"	"
1.0	88	"	"

15.

+) - Medidor de brillo portátil Gardner de ángulo 60°.

EJEMPLO 11.-

20. Las cualidades de envejecimiento de la formulación del ejemplo 1 se determinaron con diversas concentraciones del agente antimicrobiano. La transparencia se determinó mediante un método kopke modificado. Los resultados se indican en la tabla siguiente

TABLA VI

25.

Agente bactericida	Transparencia			Separación		
	RT°F	100°F	130°F	RT°F	100°F	130°F
0.0	clara	clara	clara	ninguna	ninguna	ninguna
0.5	"	"	"	"	"	"
1.0	"	"	"	"	"	"



EJEMPLO 12.-

Se preparó la composición del ejemplo 1 sustituyendo diversos agentes bactericidas bien conocidos por el utilizado en dicho ejemplo. La acción antimicrobiana se determinó en la forma indicada en el ejemplo 7. Los resultados que son el promedio de ensayos triplicados se indican a continuación :

TABLA VII

10.	Agente antimicrobiano (% <u>ac</u> <u>tivo</u>)	% en la fórmula	Zona de inhibición (mm)	
			Amianto vinílico S. aureus	Vinilo E. coli
	Formaldehido(37%)	2.03	0	0
	"Onyx 172" ¹ (80%)	0.94	0	0
	"Cosan 635 WE" ² (100%)	0.75	0	0
15.	"Santophene Z " ³ solución (75%)	1.00	0	0

1 - ciclohexil-sulfamato de N-alquil-dimetil-benzil-amonio

2 - mezcla de caprilamina, laurilamina, palmitilamina, estearilamina y otros complejos alquilamínicos.

20. 3 - ortobencil-paraclorofenol.

EJEMPLO 13.-

Un pulimentador acrílico conteniendo isopropanol se ilustra mediante la formulación siguiente :

- | | | |
|-----|-----------------------------------|----------|
| 1. | agua, desionizada | 42,729 % |
| 25. | 2. isopropanol, 99 % | 6.973 |
| | 3. metabisulfito sódico, granular | 0.116 |
| | 4. polímero: Rhoplex B-505 | 29.748 |
| | 5. resina SMA 2625A | 9.916 |
| | 6. caprolactama cristalina | 0.992 |



1072

7.	éter monometílico de dipropilenglicol	4.875
8.	fosfato tributoxietílico	1.487
9.	formaldehído 37% solución	0.150
10.	agua amoniacal 28,5 - 30% NH ₃	0.198
11.	propilenglicol	1.946
12.	éter 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxidifenílico	0.750
5.		<u>0.750</u>
		100,00 %

A continuación se expone la descripción actualmente utilizable de los productos identificados con las marcas en los ejemplos :

10. (a) "SMA Resin 1725A" - copolímero de estireno-anhídrido maléico; peso molecular del copolímero; peso molecular 2200; fusión entre 140 y 155°C; número ácido 260; estireno: proporción de anhídrido maléico 2:1.

15. (b) "SMA Resin 2625A" - copolímero de estireno-anhídrido maléico; peso molecular 1900; fusión entre 135-160°C; número ácido 220; estireno; proporción de anhídrido maléico 2:1.

20. (c) "Rhoplex B-505"-copolímero acrílico aniónico y acuoso enlazado por zinc que contiene 40% de sólidos y un pH de 7,5-8, estando compuesto el copolímero por monómeros de ácido acrílico, metacrilato metílico y acrilato butílico; dureza de 14-16.

25. (d) "Crilicon WW-100L" - copolímero acrílico aniónico enlazado por zinc con un pH de 8,4-8,8; viscosidad 100 centipoises.

(e) "Crilicon 642" - copolímero acrílico aniónico enlazado por zinc; pH de 7,2-8,2; viscosidad 100 centipoises.

(f) "Lucidene" - copolímero acrílico fabricado por



Morton Chemical Co.

- (g) - "Richamer R-800" - es un polímero acrílico enlazado por metal que se vuelve transparente con la adición de amoníaco a pH 8,5-9,5.
5. (h) - "Efton D Super" - es una cera dura de hidrocarbano Fischer-Tropsch sintética al 100% y suavemente oxigenada que tiene un punto de fusión de 210-215°F, valor ácido de 8-12; valor de saponificación de 16-24; valor de hidroxilo de 9-10.
10. (i) "Emulphor ON-870" - un alcohol graso polioxi-tilado no iónico y tensoactivo.
- (j) "AC-540" es un copolímero de polietileno y ácido acrílico con un punto de ablandamiento de 226°C; una dureza (dmm) de 2,0; una densidad de 0,93 (g/cc); una viscosidad de 500 (centipoises a 140°C); número ácido de 40; peso molecular de 3.500.
15. (k) FC-128-afluorocarbon suministrado por 3M Company.
- (l) "AC-392" es una cera de polietileno emulsificable con un punto de ablandamiento de 280°F; una dureza de < 0,5 (dmm); una densidad (g/cc) 0,99; una viscosidad de 9000 centipoises (a 300°F); número ácido de 28, y un peso molecular de 1500.
20. (m) "AC-394" es una cera de polietileno emulsificable con un punto de ablandamiento de 272°F; una dureza de < 1 (dmm); una densidad (g/cc) de 0,99; una viscosidad de 3.000 centipoises (a 300°F); un número ácido de 50-60; y un peso molecular de 3500.
25. (n) "Triton X-100" - octil-fenoxi-polietoxi-etanol.



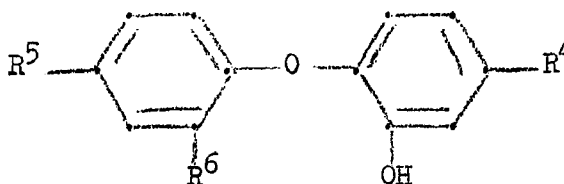
REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente U.S.A. núm.

5. 175.799 del 1 de octubre de 1971.

1.- Procedimiento para la preparación de composiciones pulimentadoras de superficies duras de componentes múltiples, caracterizado por combinarse un formador de película insoluble en agua de base acrílica, un plastificante compatible con dicho formador de película insoluble en agua y una cantidad efectiva antimicrobiana de un compuesto de la fórmula

10.



15.

en donde R⁴ es un miembro elegido del grupo constituido por cloro y bromo; R⁵ es un miembro elegido del grupo constituido por cloro y bromo; y R⁶ es un miembro elegido del grupo constituido por hidrógeno y cloro; estando comprendido el pH de dicha composición entre 7,5 a 9,5.

20.

2.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque el polímero insoluble en agua de base acrílica citado comprende del 5 al 90% aproximadamente en peso del total de sólidos de dicha formulación y dicho agente antimicrobiano comprende entre el 1% aproximadamente y el 20% aproximadamente en peso del total de sólidos de dicha formulación pulimentadora.

25.

3.- Procedimiento de conformidad con la reivin-





407170

dicación 2, caracterizado porque dicha formulación contiene el 10%, aproximadamente, al 25 % aproximadamente, en peso de sólidos.

5. 4.- Procedimiento, de conformidad con la reivindicación 3, caracterizado porque incluye, adicionalmente, del 10%, aproximadamente, al 100%, aproximadamente, en peso de una resina soluble en álcalis basado en el peso de dicho formador de película insoluble en agua.

10. 5.- Procedimiento, de conformidad con la reivindicación 3, caracterizado porque dicho formador de película insoluble en agua de base acrílica es un polímero formado a partir de (a) un éster alquilacrilico, por lo menos, de la clase constituida por acrilato alquílico y metacrilato alquílico y (b) un monómero de ácido elegido de la clase constituida por ácido acrílico y ácido metacrílico.

20. 6.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 5, caracterizado porque dicha resina soluble en álcalis es un copolímero de estireno-anhídrido maléico en el que la proporción de estireno a anhídrico maléico es de 1:1 a 3:1.

25. 7.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 6, caracterizado porque incluye, adicionalmente, del 0,3, aproximadamente, al 40% aproximadamente, en peso de una cera emulsionable basado en el peso de dicho formador de película insoluble en agua.

8.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 7, caracterizado porque dicha cera es una cera de polietileno emulsionable.

9.- Procedimiento de conformidad con la reivin-





407170

dicación 8, caracterizado porque dicho agente antimicrobiano es 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxi-difenil éter.

- 10.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, que en la variante está caracterizado por combinarse (a) del 10% al 90%, aproximadamente, en peso, de un formador de película insoluble en agua de base acrílica basado en el peso total de los sólidos de dicha composición siendo el referido formador de película de base acrílica un polímero que contiene (1) un monómero, por lo menos, elegido de la clase constituida por acrilato alquílico y un metacrilato de alquilo inferior y (2) un monómero, por lo menos, elegido de la clase constituida por ácido acrílico y ácido metacrílico; (b) de 0 a 90% en peso de una resina soluble en álcalis basado en el peso total de los sólidos de dicha composición; (c) el 100% a lo sumo, en peso, de un plastificante basado en el peso de dicho formador de película insoluble en agua, (d) de 0 a 40%, aproximadamente, en peso de una cera emulsionable basado en el peso de dicho formador de película insoluble en agua de base acrílica; (e) de 0 a 50%, en peso, de un emulgente basado en el peso de dicho formador de película insoluble en agua y (f) el 1%, por lo menos, en peso, de 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxi-difenil éter basado en el peso de los sólidos de dicha composición acuosa pulimentadora de suelos.
5. 10. 15. 20. 25.
- 11.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 10, caracterizado porque la resina soluble en álcalis citada es un copolímero de estireno-anhídrico maléico, poseyendo dicho copolímero un peso molecular comprendido entre 1600, aproximadamente, y 2500, aproximadamente, siendo

A handwritten mark or signature, possibly initials, consisting of several overlapping loops and lines.

407 170



la proporción entre estireno y anhídrido maléico de 1:1 a 3:1 aproximadamente.

5. 12.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 11, caracterizado porque dicha cera es una cera de polietileno emulsionable.
10. 13.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 12, caracterizado porque dicha cera de polietileno emulsionable está presente en una cantidad comprendida entre 0,3 a 10% en peso del formador de película insoluble en agua citado y dicha cera se caracteriza por tener un peso molecular comprendido entre 1500, aproximadamente y 3500, aproximadamente, una dureza menor de 1 y una densidad de 0,99, aproximadamente.
15. 14.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, que en la variante acuosa y clara, pulimentadora de suelos, constituida esencialmente por el 10% aproximadamente, al 25%, aproximadamente, en peso, de sólidos, basado en el peso total de la composición, está caracterizado porque dichos sólidos están constituidos esencialmente por (a) el 60% en peso, por lo menos, de un formador de película insoluble en agua de base acrílica, siendo dicha película un polímero que contiene (1) un monómero, por lo menos, elegido de la clase constituida por un acrilato de alquilo inferior y un metacrilato de alquilo inferior, (2) un monómero, por lo menos, elegido de la clase constituida por ácido acrílico y ácido metacrílico; (b) del 10%, aproximadamente, al 50%, aproximadamente, en peso, de una resina basado en el peso de dicho formador de película insoluble en agua de base acrílica presente en dicha fórmula -



30 SEP 1972

407170

- ción pulimentadora, estando constituida dicha resina, esencialmente, por un copolímero de estireno-anhídrido maléico, poseyendo el citado copolímero un peso molecular comprendido entre 1600, aproximadamente y 2500, aproximadamente, un punto de fusión comprendido entre 115° y 155°C., un número de ácido comprendido entre 220 y 275, siendo la proporción de estireno a anhídrido maléico de 1:1 a 3:1, aproximadamente; (c) del 5%, aproximadamente al 75%, aproximadamente, en peso, de por lo menos un plastificante basado en el peso de dicho formador de película insoluble en agua de base acrílica; (d) 1%, por lo menos, en peso, de 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxi-difenil éter.

- 15.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 14, caracterizado porque, incluye, adicionalmente del 0,3 al 10%, aproximadamente, en peso, de una cera de polietileno emulsionable, poseyendo dicha cera una densidad de 0,99, un número de ácido de 28 a 60, un peso molecular de 1500 a 3500 aproximadamente y una dureza inferior a 1.

- 16.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 15, caracterizado porque dicho formador de película insoluble en agua de base acrílica es un copolímero totalmente acrílico compuesto por monómeros de acrilato butílico, metacrilato metílico y ácido acrílico.

- 17.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 16, caracterizado porque la proporción entre estireno y anhídrido maléico es de 2:1, el peso molecular del copolímero de estireno-anhídrido maléico citado es de 1900 aproximadamente y el número de ácido de dicho copolímero de estireno-anhídrido maléico es de 220 aproximadamente.



407 170




1972

- 18.- Procedimiento, de conformidad con la reivindicación 4, caracterizada porque incluye, adicionalmente, del 5% al 20%, aproximadamente, de alcoholes inferiores.
5. 19.- Procedimiento, de conformidad con la reivindicación 18, caracterizado porque la concentración de alcoholes inferiores es de 5 a 10% aproximadamente.
- 20.- Procedimiento de conformidad con la reivindicación 19, caracterizada porque el alcohol inferior es isopropanol.
10. 21.- Procedimiento para la preparación de composiciones pulimentadoras de superficies duras.
- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 30 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.
- 15.

Madrid, a 30 de septiembre de 1972.

p.a. JAMES ISERN

D. P.



Firmado: JOSE F. NIETO

MLA.

