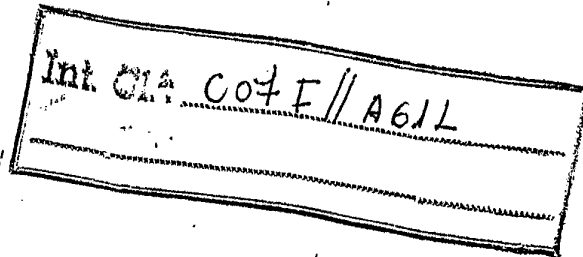


420561



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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DICLOROCIA-
NURATOS COMPLEJOS", a favor de la firma española
SOCIEDAD ANONIMA CROS, residente en BARCELONA, Pa-
seo de Gracia 56.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la preparación de
unos nuevos compuestos que contienen cloro y que también
contienen plata. Esto tiene especial interés en aquellas
aplicaciones en las que se quiere asociar al efecto bac-
tericida del cloro la acción combinada de la plata.

5.

Los productos a los que se refiere esta inven-
ción se preparan en forma muy sencilla haciendo reac-
cionar las sales alcalinas o alcalinotérreas del ácido
diclorocianúrico con una sal soluble de plata.

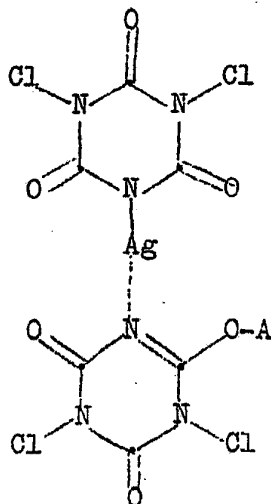
10. Los compuestos resultantes son altamente estables
conservando niveles de cloro activo muy superiores a los

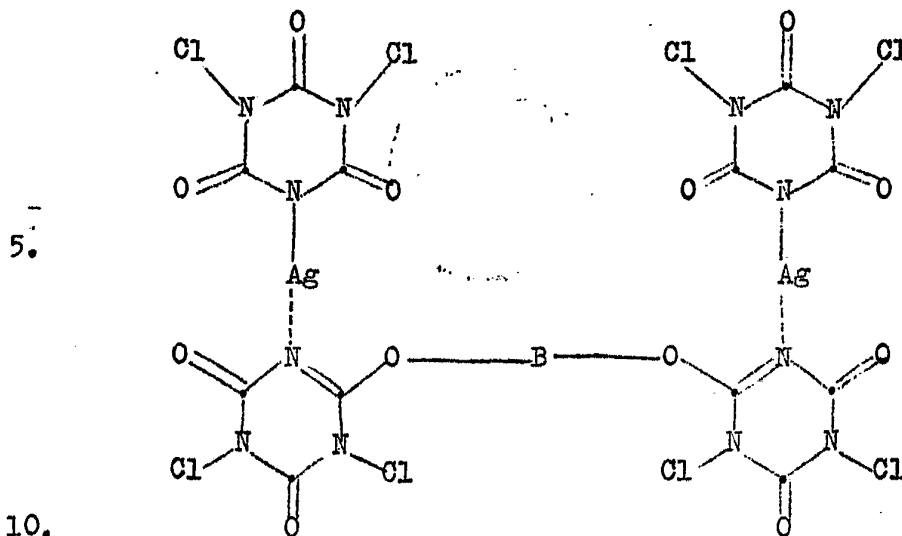
de las sales simples en función del tiempo. La solubilidad de las sales complejas de plata en agua es muy baja y en el caso de la sal de plata-potasio, por ejemplo, es inferior a 0,001% a 20°C, propiedad que reviste especial interés cuando se quiere disponer de un lecho fijo para tratamiento continuo de un flujo acuoso. Además de su composición diferente ésta es una diferencia esencial en sus propiedades de las sales complejas ya conocidas descritas en las patentes precedentes siguientes:

5. especial interés cuando se quiere disponer de un lecho fijo para tratamiento continuo de un flujo acuoso. Además de su composición diferente ésta es una diferencia esencial en sus propiedades de las sales complejas ya conocidas descritas en las patentes precedentes siguientes:
10. E.A. Matzner, U.S. Pat. nº 3.287.359 de 22. Nov. 1966;
E.A. Matzner, U.S. Pat. nº 3.294.690 de 27 Dic. 1966;
R.W. Marek, U.S. Pat. nº 3.115.493 de 24 Dic. 1963;
R.W. Marek, U.S. Pat. nº 3.094.525 de 18 Junio 1963; y
R.W. Marek, Ger. Pat. nº 1.131.217 de 14 Junio 1962.

15. Por estudios de espectroscopia infrarroja así como por métodos analíticos convencionales se ha propuesto para estos nuevos compuestos (F. Martínez; E. Domínguez; J. Lleal y A. Gamero. Third International Symp. on Polyhalogen. Compds. Octubre 1973. Barcelona (España) las siguientes estructuras
- 20.

25.



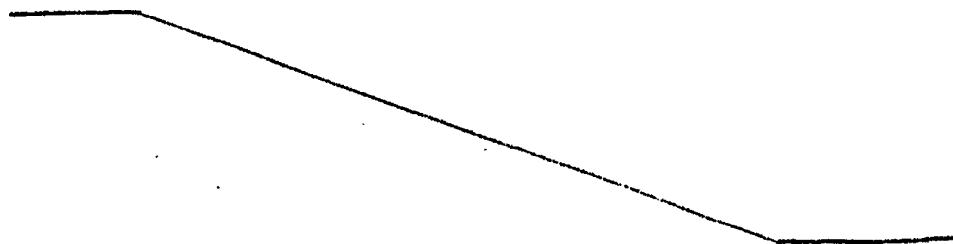


en donde

A es un metal alcalino tal como Na o K y
B es un metal alcalinotérreo tal como Ca,
Ba o Mg.

15. Los compuestos anteriores se pueden obtener en estado hidratado o anhidro. Los compuestos derivados de las sales alcalinas no forman hidrato.

20. Estos nuevos compuestos poseen una persistencia de actividad bactericida sorprendentemente mayor que la de las sales simples del ácido diclorocianúrico en ensayos efectuados frente a cultivos de E. coli como puede verse en la siguiente tabla:



	Tiempo	E. coli ¹⁴ bac./ml.	Sal de Na 50 ppm. % Letalidad	Sal de AgK 50 ppm. % Letalidad
	15 minutos	4.2.10 ⁸	99,2	100
	2 días		100	100
5.	3 días ^x	4.2.10 ⁸	-	-
	5 días		100	100
	6 días ^x	4.2.10 ⁸	-	-
	8 días		88,0	100
	22 días		74,2	100
10.	26 días ^x	4.2.10 ⁸	-	-
	27 días		-	100
	44 días ^x	4.2.10 ⁸	-	-
	48 días		-	99,1
	50 días ^x	4.2.10 ⁸	-	-
15.	52 días		-	99,9
	58 días		-	97,3
	60 días		-	91,9
20.	^x A los 3, 6, 26, 44 y 50 días se inocularon los cultivos que contenían las sales de sodio y plata-potasio para restablecer las concentraciones de E. coli a su valor inicial (4.2.10 ⁸ bac./ml.)			

25. La persistencia del diclorocianurato potásico es por tanto del orden de 9 veces superior a la de la sal sódica correspondiente.

La preparación se lleva a cabo en medio acuoso a

la temperatura ambiente aunque este factor no sea limitante pudiendo también efectuarse a temperaturas superiores o inferiores a la ambiente. El pH del medio puede abarcar desde 3 hasta 7. Las relaciones molares de los reactan-

5. tes pueden oscilar entre amplios límites aunque preferentemente se emplean relaciones molares diclorocianurato metálico/plata 2/1 para los alcalinos y 1/1 para los alcalinotérreos, como se ilustra en los ejemplos siguientes:

Ejemplo: 1 .- Diclorocianurato de plata y potasio.

10. En un vaso conteniendo 9,4 gr. de diclorocianurato potásico (0,04 moles) y 200 mls. de agua se adicionaron con agitación 3,4 grs. de nitrato de plata (0,02 moles) disueltos en 100 mls. de agua. Apareció un precipitado instantáneo blanco que se filtró dando 17,0 grs. de producto húmedo. Se secó a 50°C obteniéndose 10,2 grs. (Rdto. según Ag = 94.26%) de sólido cristalino blanco.

% Cl activo	= 52,15%	calculado para	(DIC) ₂ AgK	= 52,43%
% Ag	= 20,58%	"	"	= 19,94%
% K	= 7,24%	"	"	= 7,23%

20. en donde DIC representa el anión diclorocianurato.

Ejemplo: 2 .- Diclorocianurato de plata y sodio.

De forma análoga al procedimiento anterior, se adicionaron 100 mls. de una disolución acuosa conteniendo 3'4 gr. de nitrato de plata (0,02 moles) sobre 8'8 grs.

25. (0,04 moles) de dicloroisocianurato sódico disuelto en 200 mls. de agua.

Se obtuvo un precipitado blanco que se filtró

dando 12'1 grs. de producto húmedo y se secó a 50°C obteniéndose 7'9 gr. (Rdo. 75'31% según Ag) de sólido cristalino blanco.

5. % Cloro activo = 48,17% calculado para $(DIC)_2 AgNa$, =
 % Ag = 19,72% " " " = 54,05%
 = 20,55%

en donde DIC representa el anión diclorocianurato.

Ejemplo: 3.- Diclorocianurato de plata y calcio.

Método de preparación:

10. En un vaso con agitación se añadieron 100 mls. de agua, 1'29 gr. (0,01 mol) de ácido cianúrico, 4,65 gr. de ácido tricloroisocianúrico (0,02 moles) y 1'50 gr. de carbonato cálcico (0'15 moles). Una vez disuelta la masa de reacción (diclorocianurato cálcico) se añadieron 15. 1'70 gr. de nitrato de plata (0'01 mol) disueltos en 50 mls. de agua. Nada más añadir el nitrato de plata se formó un precipitado blanco que se filtró, se secó a 50°C y posteriormente a 80°C. Peso seco = 5,17 gr. (Rto. según plata = 94,2%).

20. % Cloro = 25,26% calculado $(DIC)_4 Ag_2 Ca_3 H_2 O$ = 25,83%
 % Cloro activo = 50,72% " " " = 51,66%
 % Ag = 19,74% " " " = 19,65%
 % Ca = 3,32% " " " = 3,65%

en donde DIC representa el anión diclorocianurato.

25. También se preparó a partir de diclorocianurato cálcico seco previamente preparado y en las cantidades estequiométricas (sin exceso de sal cálcica como en el procedimiento anterior). Así se disolvieron 4'88 gr. de diclorocianurato cálcico hidratado (0,01 mol) en 100 mls.

de agua y se añadieron 1.70 gr. de nitrato de plata (0,01 mol) disuelto en 50 mls. de agua. Se filtró y secó a 50°C y posteriormente a 80°C dando 4.92 gr. Rto. según plata = 89,61%. % Cloro activo = 49,78%.

5. Ejemplo: 4 .- Diclorocianurato de plata y bario.

De forma análoga a los anteriores procedimientos se añadieron 150 ml. de agua, 5,31 gr. de diclorocianurato de bario (0.01 mol) y 1,70 gr de nitrato de plata (0,01 mol) disueltos en 50 mls. de agua. La masa de reacción se filtró y secó a 50°C y posteriormente a 90°-100°C dando 5,53 gr. (Rto. según plata = 92.48%) de producto sólido cristalino de color blanco y con un contenido en cloro activo = 44,03%. Calculado para $(DIC)_4Ag_2Ba.3H_2O = 47,47\%$ en donde DIC representa el anión diclorocianurato.

15.

= . =

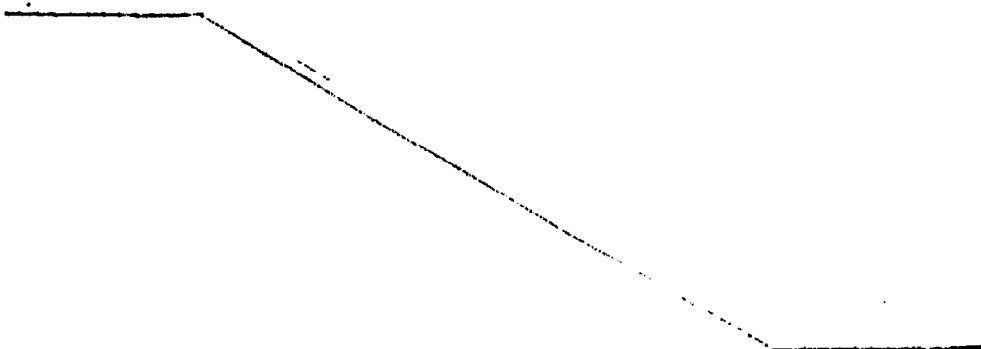
REIVINDICACIONES

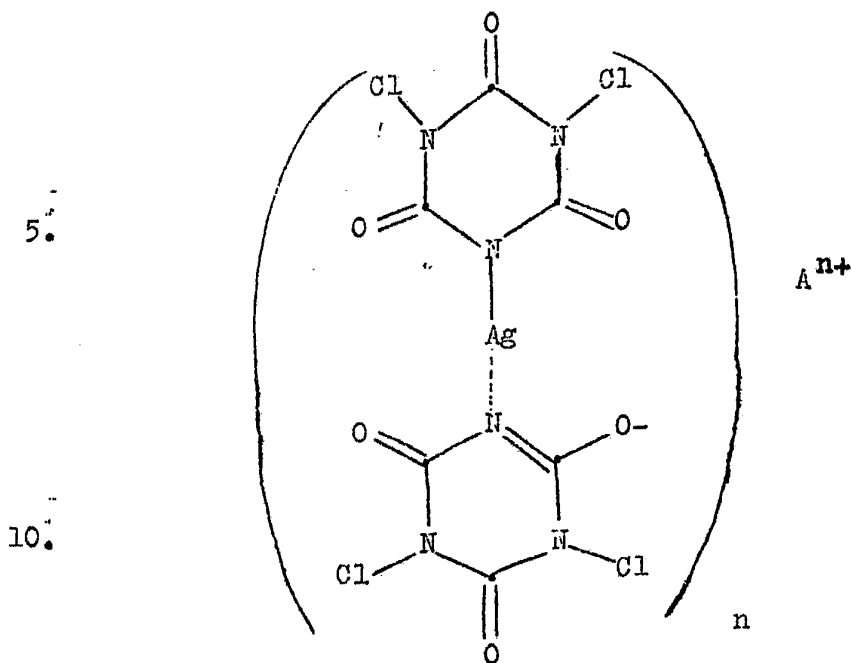
Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

20.

1.- Procedimiento para la preparación de diclorocianuratos complejos, de la fórmula general

25.





15. donde A representa un metal alcalino ó alcalinotérreo,
 n es igual a 1, cuando A es un metal alcalino, o bien,
 n es igual a 2, cuando A es un metal alcalinotérreo,
 caracterizado por hacerse reaccionar una disolución acuosa
 de diclorocianurato alcalino ó alcalinotérreo con una disolu-
 ción acuosa de una sal de plata, precipitándose el dicloro-
 cianurato complejo de plata y metal alcalino ó alcalinotérreo
 20. de la fórmula general citada.

25. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque en su realización, en calidad de diclorocianurato alcalino ó alcalinotérreo se utiliza respectivamente, diclorocianurato de sodio ó potasio en la constitución del bis-(diclorocianurato) complejo de plata y metal alcalino y diclorocianurato de calcio ó bario en la constitución del tetra-(diclorocianurato) complejo de diplata y monometal alcalinotérreo.

3.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1 y 2 caracterizado en que la temperatura para su realización está comprendida entre 0°C y 60°C.

5. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado en que el intervalo de pH en que se verifica la reacción está comprendida entre 3 y 7.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores caracterizado en que se selecciona preferentemente para su realización como sal soluble de plata, nitrato de plata.

10. 6.- Procedimiento para la preparación de diclorocianuratos complejos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 9 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

15.

Madrid, a 15 de Noviembre de 1973

p.a.

M.^o LUISA ISERN CUYAS
P. E.

