

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

10 ES	11	NUMERO	10 A 1
	21	439.703	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		24.7.75	

P.- 60.632

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
492.668	29.7.74	EE.UU.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	63 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	AGIL	

64 TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN CONCENTRADO DE YODOFORO ANIONICO"

71 SOLICITANTE (S)
PENNWALT CORPORATION

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Three Parkway, Filadelfia, Estados Unidos de América

72 INVENTOR (ES)
George Holbrook Turney

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ

Es bien sabido que los yodóforos necesitan soluciones acuosas ácidas para mantener la estabilidad del complejo de yodo. Se define un yodóforo como una mezcla de yodo y un portador de yodo que forma un complejo de yodo que tiene la capacidad de aumentar la solubilidad y la estabilidad del yodo en solución acuosa, teniendo propiedades germicidas la solución acuosa de yodo complejado. El ácido fosfórico y los ácidos hidroxí-acéticos han sido ampliamente usados para este propósito con preferencia a ácidos minerales, con objeto de proporcionar estabilidad al yodóforo y tienen una composición que no es corrosiva y que no es irritante para las manos o para las ubres de las vacas.

Se ha descubierto en la actualidad una nueva composición de yodóforo que es eficaz para mantener la estabilidad del yodo en solución acuosa, sin necesidad de añadir ácido a la solución. Las nuevas composiciones son monoésteres yodados de glicol de poli(óxido de alcoholeno) de ácidos dicarboxílicos de C-21, que tienen la fórmula ácido 5 ó 6-carboxi-4-hexil-2-ciclohexen-1-octanoico. Estos ésteres serán denominados en esta solicitud de Patente, por conveniencia, monoésteres de ácido dicarboxílico de C-21. Estos nuevos complejos de yodo son desinfectantes yodados eficaces. Los nuevos yodóforos pueden ser usados en la industria de la alimentación, para

esterilizar leche y las instalaciones de tratamiento de sustancias alimenticias. Asimismo pueden ser usados con la adición de detergentes y agentes tensioactivos compatibles, para limpiar y esterilizar depósitos para alimentos e instalaciones para el tratamiento de sustancias alimenticias. En solución acuosa diluida los nuevos yodóforos del invento se usan para esterilizar las manos de los operarios que tratan las sustancias alimenticias y para esterilizar las ubres de las vacas después de ordeñar, para controlar la mastitis.

La base del nuevo desinfectante del invento es el compuesto dicarboxílico de C-21, derivado de ácidos grasos, que puede ser obtenido mediante el procedimiento descrito en la Patente de EE.UU. 3.753.968, que se incorpora como referencia. Este ácido dicarboxílico forma la porción hidrófoba del detergente, mientras que la porción hidrófila procede de poli(óxidos de alcoholeno) en uno de los grupos carboxílicos.

Estos poli(óxidos de alcoholeno) son o condensados de óxido de etileno, óxido de propileno o condensados mixtos de óxidos de etileno-propileno. La longitud de cadena está comprendida entre 3 moles y 34 moles, aproximadamente, de poli(óxido de alcoholeno).

El complejo yodado se prepara añadiendo cristales de yodo al monoéster del ácido dicarboxílico de

C-21, con agitación suave. La mezcla se continúa hasta que ha reaccionado la totalidad de los cristales de yodo.

5 Las composiciones desinfectantes de yodóforo pueden ser preparadas después añadiendo agua, suficiente solubilizador para poner en solución el complejo de yodo y, finalmente, ajustando el pH para el uso final deseado, añadiendo sustancias alcalinas. Los monocésteres de C-21 yodados pueden ser formulados en
10 forma de concentrados que proporcionan de aproximadamente 1% a aproximadamente 20% o más, de yodo disponible.

Las soluciones de yodóforo diluidas son agentes germicidas eficaces para bacterias tales como
15 *Salmonella Typhosa* y *Staphylococcus Aureus*, cuando se ensayan por el método AOAC.

Descripción detallada de la invención

20 El ácido dicarboxílico de C-21 se obtiene haciendo reaccionar ácido linoléico con ácido acrílico, en presencia de un catalizador de yodo, como se describe en la Patente de EE.UU. 3.753.968. El ácido dicarboxílico de C-21 se vende bajo la marca registrada DIACID.

25 El ácido dicarboxílico de C-21 se esterifica

después con glicoles poli(oxidocohileno) mediante métodos bien conocidos en las técnicas químicas. Típicamente, el ácido dicarboxílico de C-21 y los glicoles de poli(óxido de alcoholeno) se mezclan juntamente bajo
5 una atmósfera inerte, tal como una atmósfera de nitrógeno con agitación, mientras se calienta a aproximadamente 210°C. Pueden ser usados catalizadores tales como el óxido de dibutil-estaño y el fosfato de trifenilo. La reacción se termina enfriando la masa reaccionante
10 cuando el índice de acidez alcanza el valor teórico deseado. Después se filtra habitualmente la masa de reacción líquida.

El ácido carboxílico más reactivo está al extremo de la cadena alcoholada de C₇ y el monoéster del
15 ácido se forma en este punto. Temperaturas considerablemente más altas de aproximadamente 200°C deben ser empleadas antes de que tenga lugar la esterificación con el grupo carboxílico unido a la porción de ciclohexeno de la molécula.

20 La adición de la cadena de poli(óxido de alcoholeno) al ácido dicarboxílico de C-21 mediante esterificación forma los ésteres que son la base para preparar los yodóforos de esta invención.

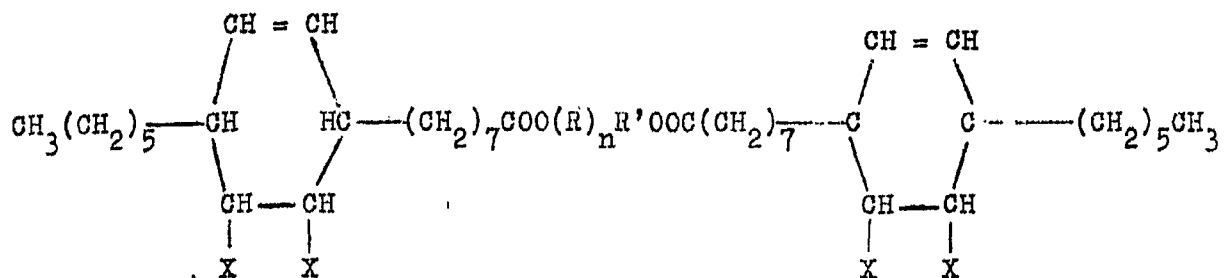
25 La longitud de la cadena de poli(óxido de alcoholeno) no es crítica, pero es importante para deter-

minar la cantidad de yodo que puede ser acomplexado, cuanto mayor es la longitud de cadena, mayor es la cantidad de yodo que puede ser mantenido en el complejo. La longitud de la cadena de poli(óxido de alcoholeno) está comprendida entre aproximadamente 3 moles y aproximadamente 34 moles. De preferencia, estará comprendida entre aproximadamente 6 y aproximadamente 16 moles. La cadena de poli(óxido de alcoholeno) puede ser añadida o bien como glicol de poli(óxido de etileno) o como glicol de poli(óxido de propileno). También son adecuadas las cadenas mixtas de glicoles de poli(óxido de etileno) y poli(óxido de propileno), y las mezclas pueden ser mezclas heterogéneas o mezclas de bloques, tal como se describe en la Patente de EE.UU. 3.355.386. Estos ésteres son designados como los monoésteres de glicol de poli(óxido de alcoholeno) de ácido dicarboxílico de C-21, y tienen una relación molar de glicol de poli(óxido de alcoholeno) a ácido dicarboxílico de C-21 de aproximadamente 1 a 1 hasta aproximadamente 1 a 2, y en cuyo éster el glicol de poli(óxido de alcoholeno) contiene de aproximadamente 3 a aproximadamente 34 moles de poli(óxido de alcoholeno), según se ha descrito anteriormente.

Los monoésteres de ácido dicarboxílico de C-21 pueden ser representados mediante las fórmulas siguientes, dependiendo de la relación molar del glicol de

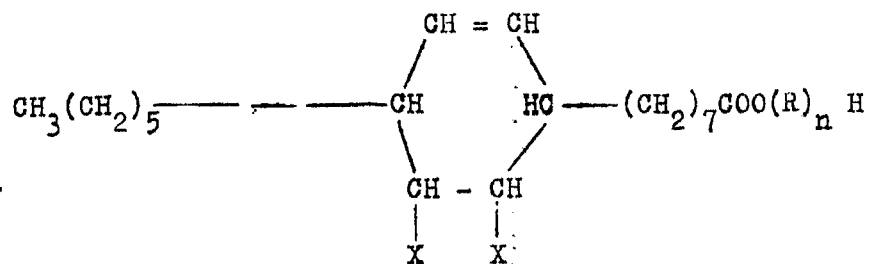
poli(óxido de alcoholeno) con respecto al ácido dicarboxílico de C-21 empleado en la reacción.

- 5 1. Monoésteres de ácido dicarboxílico de C-21 - dos moles de Acido dicarboxílico de C-21 para un mol de polialcoholenglicol



20 donde R es óxido de etileno, óxido de propileno u óxidos mixtos de etileno-propileno en distribución al azar o grupos de bloques, una X es hidrógeno y la otra X es carboxilo, n está comprendido entre aproximadamente 3 y aproximadamente 34, y R' es etileno o propileno.

- 25 2. Monoésteres de ácido dicarboxílico de C-21 - relación molar de polialcoholenglicol a ácido dicarboxílico de C-21 uno a uno.



15 donde R es óxido de etileno, óxido de propileno u óxi-
 dos mixtos de etileno-propileno en distribución al azar
 o grupos de bloques, donde una X es hidrógeno y la otra
 X es carboxilo y n es aproximadamente 3 a aproximada-
 mente 34.

20 El tipo de éster representado mediante las
 fórmulas anteriores está determinado por la relación
 molar usada en la reacción de esterificación. Si es de
 25 dos moles de ácido dicarboxílico de C-21 por mol de gli-
 col de poli(óxido de alcoholeno), entonces se obtiene
 un producto de reacción que tiene una mayor cantidad de
 éster de ácido dicarboxílico de C-21, y posee la estructu-
 ra representada mediante la fórmula 1. Si se usa una
 25 relación molar de uno a uno, el producto de reacción es

principalmente el monoéster de ácido dicarboxílico de C-21 representado mediante la fórmula 2. Se obtienen mezclas intermedias ajustando la relación molar entre uno y dos.

5 Los monoésteres de glicol de poli(óxido de alcoholeno) del ácido dicarboxílico de C-21 representados en las fórmulas anteriores, se yodan añadiendo cristales de yodo al monoéster y agitando después la mezcla hasta que han reaccionado todos los cristales de yodo.

10 Calentando suavemente la mezcla se acelerará la reacción. Dado que el ácido dicarboxílico de C-21 tiene un índice de yodo de 58, una parte del yodo reaccionará con la porción hidrófoba del tensioactivo aniónico. Este yodo no es yodo disponible, ya que tal expresión se usa en

15 la industria para designar el yodo que se encuentra presente como complejo con la porción de óxido de alcoholeno del monoéster. Es el yodo disponible el que proporciona el efecto germicida. El yodo disponible se determina mediante valoración con tiosulfato sódico. El yodo

20 total puede ser determinado mediante métodos de combustión.

 La cantidad de yodo añadida al monoéster de ácido dicarboxílico de C-21 dependerá de su uso final. Se han preparado concentrados que contienen desde aproximadamente 1 a aproximadamente 47% en peso de yodo dispo-

25

nible. Los desinfectantes para contacto con la piel tienen aproximadamente el 1% de yodo disponible. Usando el monoéster del ácido de C-21 que es el objeto de esta invención, ha sido posible preparar concentrados
5 que contienen una cantidad tan elevada como el 47% en peso de yodo disponible, pero en general no se usan ni se venden a una concentración tan alta.

El yodo añadido al monoéster del ácido dicarboxílico de C-21 para preparar concentrados estará,
10 por lo general, en una relación en peso de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 1 y hasta aproximadamente a 2 aproximadamente 1, de preferencia de aproximadamente 0,1 a hasta aproximadamente 1,65 a aproximadamente 1 de yodo con respecto a monoéster.

15 Los monoésteres yodados del ácido de C-21 son sólo ligeramente solubles en agua y se necesita un solubilizador para ponerlos en solución y mantener la solubilidad mientras se someten a las variaciones de temperatura normales durante el almacenamiento. Los solubilizadores para yodóforos se denominan comúnmente solubilizadores de yodo. Las temperaturas de almacenamiento normales están comprendidas entre alrededor de -1,1°C y aproximadamente 37,8°C. La cantidad de solubilizador requerida para poner en solución los monoésteres yodados
20 de ácido dicarboxílico de C-21, y asegurar su solubilidad
25

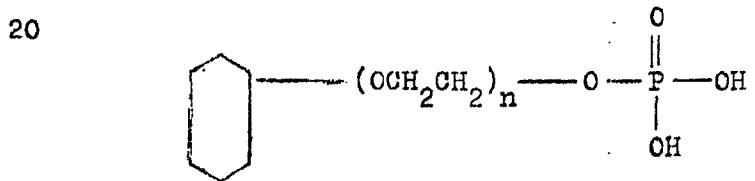
dentro del intervalo de temperatura comprendido entre aproximadamente $-1,1^{\circ}\text{C}$ y aproximadamente $37,8^{\circ}\text{C}$, se designa como cantidad eficaz de solubilizador. La relación de solubilizador a monoéster yodado de ácido dicarboxílico de C-21 estará comprendida, por lo general, dentro del intervalo de aproximadamente 0,3 a 1 hasta aproximadamente 7,5 a 1.

Los solubilizadores preferidos para poner en solución acuosa los monoésteres yodados aniónicos del ácido dicarboxílico de C-21, con objeto de mantener el carácter aniónico de este sistema de yodóforo, son los ésteres fosfato alcoxilados aniónicos, los ésteres sulfato alcoxilados aniónicos y los monoésteres de glicol de poli(óxido de alcoholeno) de ácido dicarboxílico de C-21 aniónicos, que tienen una relación molar de glicol de poli(óxido de alcoholeno) a ácido dicarboxílico de C-21, comprendida entre aproximadamente 1 a 1 y aproximadamente 1 a 2. Las cadenas de glicol de poli(óxido de alcoholeno) contendrán, por lo general, de aproximadamente 3 a aproximadamente 34 moles de poli(óxido de alcoholeno).

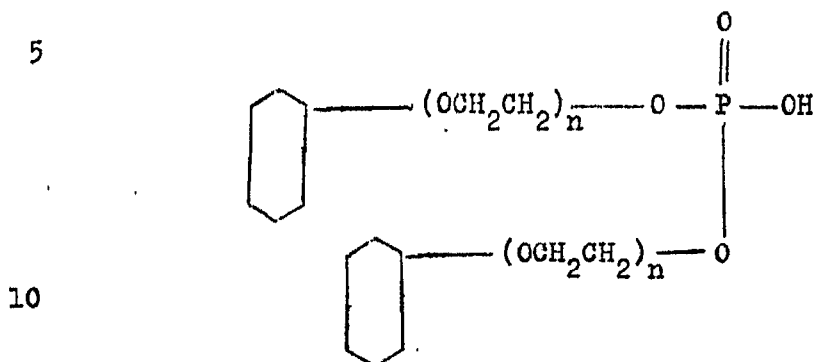
Los ésteres fosfato y ésteres sulfato, alcoxilados, tendrán por lo general una cadena de poli(óxido de alcoholeno) comprendida entre aproximadamente 3 y aproximadamente 34 moles de poli(óxido de alcoholeno).

Los ésteres fosfato aniónicos adecuados como solubilizadores, son los mono- y di-ésteres fosfato de condensados de polialcoxido terminados en hidroxilo y los ésteres-sales fosfato complejos que resultan de la neutralización de estos ésteres fosfato ácidos mediante una base. La porción hidrófoba del éster fosfato puede ser un grupo alcohol de aproximadamente C₆ a aproximadamente C₁₈, fenol o fenol sustituido con alcohol de C₁ a C₁₆. Los hidróxidos de sodio, litio y potasio son las bases usadas comunmente para la preparación de sales. Las cadenas de poli(óxido de alcoholeno) están comprendidas entre aproximadamente 3 y aproximadamente 34 moles de poli(óxido de alcoholeno) y pueden ser polímeros de OE, OP o mixtos de OE-OP.

Son ejemplos de ésteres fosfato alcoxilados los ésteres de mono- y di-fosfato de fenol alcoxilado y fenol sustituido con alcohol. Los ésteres de monofosfato pueden ser representados mediante la fórmula



en la que n está comprendido entre aproximadamente 3 y aproximadamente 34. Los ésteres de difosfato pueden ser representados por la fórmula



en la que n está comprendido entre aproximadamente 3 y aproximadamente 34. Los sustituyentes de alcohol en la molécula de fenol están comprendidos entre C_1 y C_{16} . Los ésteres de fosfato de alcoholes alcoxilados son también adecuados, tales como el éster de monofosfato de hétero OE-OP (4 a 6,8/1) en una mezcla de alcoholes decílico y dodecílico normales, y el éster de monofosfato del alcohol butílico que contiene 6 moles de óxido de etileno.

15

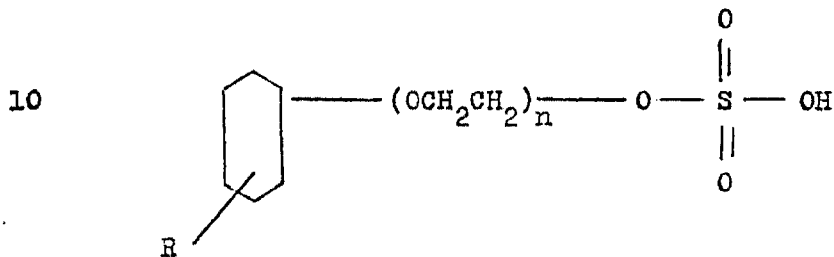
20

La segunda clase de solubilizadores aniónicos son los ésteres sulfato alcoxilados que contienen de aproximadamente 3 moles a aproximadamente 16 moles de poli(óxido de alcoholeno). La porción hidrófoba de los ésteres sulfato puede ser un grupo alcanol de aproximada-

25

mente C₆ a aproximadamente C₁₈ sobre un grupo aromá-
tico, preferiblemente fenol o fenol sustituido con al-
coholo de C₁ a C₁₆.

5 Son ejemplos de ésteres sulfato alcoxilados
adecuados los ésteres sulfato alcoxilados de fenol y
fenol sustituido con alcoholo. Estos ésteres pueden ser
representados mediante la fórmula



15 en la que n está comprendido entre aproximadamente 3 y
aproximadamente 34, y R es alcoholo de 0 a apróximada-
mente 16 átomos de carbono.

20 La tercera clase de tensioactivos alcoxila-
dos aniónicos, útiles como solubilizadores de yodo en
la presente invención, son los monoésteres de glicol de
poli(óxido de alcoholeno) de ácido dicarboxílico de C-21
que tienen una relación molar de glicol de poli(óxido de
alcoholeno) a ácido dicarboxílico de C-21 dentro del in-
tervalo comprendido entre aproximadamente 1 a 1 y aproxi-
25 madamente 1 a 2. La cadena de poli(óxido de alcoholeno)

contendrá, por lo general, de aproximadamente 3 a aproximadamente 34 moles de poli(óxido de alcoholeno) del OE, OP y mezclas heterogéneas de OE y OP y de bloques. En la Tabla 1 aparecen ejemplos de estos monoésteres.

5

Cuando no es importante mantener el carácter aniónico del yodóforo los monoésteres yodados del ácido dicarboxílico de C-21 pueden ser solubilizados con los tensioactivos no iónicos de poli(óxido de alcoholeno). Estos tensioactivos no iónicos contendrán cadenas polímeras de poli(óxido de alcoholeno) de aproximadamente 3 moles a aproximadamente 16 moles de poli(óxido de alcoholeno). Los tensioactivos no iónicos adecuados son los fenoles etoxilados, propoxilados o mixtos de OE-OP, alcohol-fenoles, alcoholes alifáticos, ésteres carboxílicos y copolímeros de bloques y heterogéneos de polioxipropileno-polioxietileno. El sustituyente alcohol de los alcohol-fenoles y alcoholes alifáticos estarán comprendidos entre aproximadamente C₆ y C₁₈ carbonos. El octil-fenol y el nonil-fenol son alcohol-fenoles típicos. Son alcoholes típicos los alcoholes octílico, decílico, dodecílico, cetílico, laurílico, oleílico, tridecílico y estearílico. Son ésteres carboxílicos adecuados los mono o diésteres de polietilenglicol de los ácidos láurico, oléico, esteárico, aceite de tall y rici-

10

15

20

25

noléico. Las amidas de ácidos grasos de polioxietileno son también solubilizadores no iónicos adecuados. Los polímeros de bloques de polioxipropileno-polioxietileno vendidos bajo la marca registrada Pluronic por la
5 firma Wyandotte Chemicals, son solubilizadores no iónicos útiles para los yodóforos del invento.

Se apreciará que puede usarse más de un solubilizador de una sola clase así como también una mezcla de solubilizadores de diferentes clases. Se ha encontrado que la relación de solubilizador a monoéster
10 yodado de ácido dicarboxílico de C-21 en las composiciones del invento puede estar comprendida entre aproximadamente 0,2 y aproximadamente 20 sobre una base de peso.

Alcoholes tales como el alcohol etílico y
15 glicoles tales como el etilenglicol o el propilenglicol son solubilizadores conocidos para complejos de yodo y pueden ser usados en asociación con los tensioactivos que contienen poli(óxido de alcoholeno).

Los concentrados que contienen de aproximadamente 1 a aproximadamente 47% de yodo disponible se preparan fácilmente yodando el poli(óxido de alcoholeno)
20 del monoéster de C-21, añadiendo un solubilizador y, si se desea, agua y una sustancia alcalina para ajustar el pH. La agitación de los productos puede ayudar a solubilizar el monoéster yodado. Son sustancias alcalinas
25

adecuadas el fosfato trisódico, fosfato disódico, hidróxido sódico, hidróxido de potasio, carbonato sódico, bicarbonato sódico, etc.

5 El pH de los concentrados y de las soluciones de uso son mantenidos siempre en la parte ácida, por lo general dentro del intervalo comprendido entre aproximadamente 4 y aproximadamente 6,5, ya que los complejos yodados solamente son estables en ácidos. Esto asegura una mayor duración de almacenamiento de las formulaciones yodadas. Las determinaciones de pH se efectúan con un medidor de pH.

10 La cantidad de agua añadida a cualquier solución o concentrado particular no es crítica. Se ha encontrado que la relación de agua a los monoésteres yodados del ácido dicarboxílico de C-21 en los concentrados del invento, puede estar comprendida entre 0 y aproximadamente 25 sobre una base del peso.

20 Las composiciones yodadas de esta invención pueden ser usadas como desinfectantes yodados en instalaciones de productos alimenticios e industrias lácteas. Los desinfectantes procedentes del monoéster yodado del ácido dicarboxílico de C-21 se suministran por lo general en forma de soluciones yodadas que contienen de aproximadamente 1 a aproximadamente 1,75% de yodo disponible, en un vehículo acuoso. Los operarios que traten sustancias

alimenticias pueden diluir las soluciones yodadas después con agua a una concentración comprendida entre 12,5 y 500 ppm de yodo disponible para formar la solución desinfectante. Los desinfectantes se usan siempre como soluciones ácidas, por lo general a un pH comprendido entre aproximadamente 4 y aproximadamente 6,5.

La solución desinfectante se aplica a las mesas, pisos, paredes y utensilios, empleados en el tratamiento de sustancias alimenticias. Puede ser aplicada mediante pulverización, nebulización, inmersión del artículo en la solución desinfectante líquida y también puede ser aplicada como un desinfectante que circula por la cadena industrial o línea de producción. En general, el desinfectante yodado se aplica después de una operación de limpieza utilizando un detergente o un jabón. La solución desinfectante yodada debe estar en contacto con el metal que está siendo desinfectado durante dos minutos por lo menos. Los desinfectantes yodados se usan a temperatura ambiente y no deben ser calentados. Después del tratamiento desinfectante, las superficies se lavan por lo general con agua potable.

Las composiciones de yodóforo se usan también como baño para sumergir las ubres después del ordeño para el control de la mastitis. Para este uso el desinfectante se diluye con agua o puede ser suministra-

do como una solución previamente diluida de aproximadamente 5.000 a aproximadamente 10.000 ppm de yodo disponible. A esta concentración la solución yodada actúa como desinfectante. La solución se aplica a la ubre en una taza y se deja que la solución yodada permanezca sobre la ubre.

Los yodóforos de esta invención pueden ser diluidos también con agua hasta una concentración comprendida entre aproximadamente 12,5 y aproximadamente 500 ppm de yodo disponible para desinfectar la piel del hombre y para desinfectar artículos de vestir tales como chanclos de goma, botas y guantes.

El mejor modo de poner en práctica la presente invención será evidente al tomar en consideración los ejemplos siguientes.

Ejemplo 1. Preparación de monoésteres

El monoéster glicol de poli(óxido de propileno) del ácido dicarboxílico de C-21, fue preparado esterificando 1 mol de glicol de poli(óxido de propileno) con 2 moles de ácido dicarboxílico de C-21 durante 3 horas a 210°C, en atmósfera de nitrógeno. La reacción fue controlada determinando periódicamente el índice de acidez. Se usó óxido de dibutil-estaño y fosfato de trife-

nilo a concentración del 0,5% para catalizar la reacción. Una vez completada la reacción, el producto líquido fue filtrado para eliminar la totalidad de los sólidos.

5 Usando el procedimiento anteriormente descrito, fueron preparados los siguientes monoésteres líquidos de poli(óxido de alcoholeno) del ácido dicarboxílico de C-21: polietilenglicol - 4,5 moles, polietilenglicol - 9 moles, polipropilenglicol - 8 moles, polietilenglicol - 13,5 moles y polipropilenglicol - 10 a 13 moles. Estos monoésteres tienen la fórmula representada por 1 en la página 7. Del mismo modo fueron preparados monoésteres usando relaciones molares 1 a 1 de ácido dicarboxílico de C-21 y glicol de poli(óxido de alcoholeno) que tienen la fórmula representada por 2 en 15 la página 8.

Ejemplo 2. Yodación de monoésteres

20 Ciento treinta y cinco gramos del monoéster líquido de polietilenglicol (13,5 moles de peg.) del ácido dicarboxílico de C-21, fueron pesados en un reactor de vidrio. Se añadió con agitación suave, catorce gramos de yodo cristalino. En un período de tiempo entre 25 treinta y sesenta minutos el producto de reacción tenía

un aspecto alquitranoso negro. No eran visibles cristales de yodo. No fue necesario calor o enfriamiento externos para controlar la reacción, ni se usó catalizador alguno.

5 Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 2, se obtuvieron productos yodados según se indica en la Tabla 1.

Tabla 1 - Monoésteres yodados

10		
	Monoéster de polipropilenglicol (8 moles de pop. [#]) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de ppg. [#] para 2 moles de diácido)	135 gramos
15	Yodo	69 gramos
	Monoéster de polietilenglicol (4,5 moles de poe. [#]) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de ppg. para 2 moles de diácido)	135 gramos
20	Yodo	32 gramos
	Monoéster de polietilenglicol (9 moles de poe. [#]) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de ppg. [#] para 2 moles de diácido)	135 gramos
25	Yodo	63 gramos

Tabla 1 (Continuación)

	Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de poe. [*]) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 2 moles de diácido)	135 gramos
5	Yodo	28 gramos
<hr/>		
	Monoéster de polipropilenglicol (10-13 moles de pop) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de ppg. para 2 moles de diácido)	135 gramos
10	Yodo	94,5 gramos
<hr/>		
	Monoéster de polipropilenglicol (10-13 moles de pop.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de ppg. para 2 moles de diácido)	100 gramos
15	Yodo	165 gramos
<hr/>		
Yodo disponible - 46,9%		
<hr/>		
	Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de poe.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 1 mol de diácido)	55 gramos
	Yodo	45 gramos
<hr/>		
25		

Tabla 1 (Continuación)

	Monoéster de plietilenglicol (13,5 moles de poe.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 1 mol de diácido)	35 gramos
5	Yodo	65 gramos
<hr/>		
	* pop = polióxido de propileno ppg = polipropilenglicol peg = polietilenglicol poe = polióxido de etileno	
<hr/>		

Ejemplo 3 - Concentrados de monoéster yodado de ácido
carboxílico de C-21

15 Se formulan concentrados de los monoésteres
yodados del ácido dicarboxílico de C-21 preparados según
se describe en el Ejemplo 2, añadiendo uno o más de los
agentes de solubilización descritos anteriormente. La con-
20 centración del yodo se regula de cierto número de modos,
por ejemplo, mediante la cantidad de yodo añadida al mo-
noéster o mediante la cantidad de solubilizador, agua y
aditivo para controlar el pH. En general, una cantidad
efectiva del solubilizador usado, será aquella cantidad
25 requerida para poner en solución el monoéster del ácido

dicarboxílico de C-21 más una cantidad adicional para evitar la separación de fases si la temperatura desciende a aproximadamente -1,1°C. El aditivo de pH, si es necesario, lo constituirían las sustancias alcalinas anteriormente descritas para llevar el pH a un valor comprendido entre aproximadamente 4,5 y aproximadamente 6,5. En la Tabla 2 se muestran concentrados típicos.

Tabla 2 - Concentrados

10			
	1.	Monoéster de polipropilenglicol (10-13 moles de pop.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de ppg para 2 moles de diácido)	100 gramos
		Yodo	145 gramos
15		Solubilizador- Condensado de octil fenol-poli(óxido de etileno)(11 moles de óxido de etileno) *	755 gramos
		TOTAL	1000 gramos
20		(Yodo disponible -10,1% pH -4,5)	

* Vendido por Rohmn and Haas, como Triton X-102.

25

Tabla 2 (Continuación)

	2.	Monoéster de polietilenglicol (9 moles de poe.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 2 moles de diácido)	135 gramos
5		Yodo	63 gramos
		Fosfato disódico	13 gramos
		Agua	219 gramos
		Solubilizador Plurafac D-25 ^{***} (Alcohol alifático de C ₁₂ a C ₁₆ aprox. 6 partes de alcohol para 22 partes de condensado mixto de óxido de etileno-óxido de propileno)	570 gramos
10			
		TOTAL	<u>1000 gramos</u>
		(Yodo disponible - 4,4%)	
		^{***} Vendido por Wyandotte Chemicals	
15			
	3.	Monoéster de polietilenglicol (4,5 moles de poe.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 2 moles de diácido)	135 gramos
		Yodo	32 gramos
20		Fosfato disódico	13 gramos
		Agua	250 gramos
		Plurafac D-25, solubilizador	570 gramos
		TOTAL	<u>1000 gramos</u>
		(Yodo disponible - 2,0%)	
25			

Tabla 2 (Continuación)

5	4. Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de peg.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 1 mol de diácido)	1,2 gramos
	Yodo	1,8 gramos
	Solubilizador - Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de peg.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 1 mol de diácido)	15 gramos
10	Agua	82 <u>gramos</u>
	TOTAL	100 gramos

Ejemplo 4 - Formulaciones desinfectantes

15

Las composiciones desinfectantes de yodóforo son comercializadas por lo general como soluciones con 1 a 1,75% de yodo disponible. En la Tabla 3 se muestran formulaciones desinfectantes típicas.

20

25

Tabla 3 - Formulaciones desinfectantes

5	1. Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de poe.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 2 moles de diácido)	135 gramos
	Yodo	28 gramos
	Solubilizador- Condensado de octil-fenol- -poli(óxido de etileno)(11 moles de óxi- do de etileno)	100 gramos
	Agua	<u>737 gramos</u>
10	TOTAL	1000 gramos

Se llevaron a cabo adiciones de producto alcalino de fosfato disódico para elevar el pH a un valor comprendido entre aproximadamente 4,5 y aproximadamente 6,5. Las cifras se indican en gramos.

15	Desinfectante	100	100	100
	Fosfato disódico	0,4	0,8	1,2
	pH	2,0	3,2	5,1

20 El yodo disponible de la formulación anterior era de 1,56% cuando se preparó y de 1,19 después de cinco semanas de almacenamiento.

25

Tabla 3 - (Continuación)

	2.	Monoéster de polipropilenglicol (10-13 moles de pop.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de ppg para 2 moles de diácido)	135 gramos
5		Yodo	28 gramos
		Condensado de octil-fenol-poli(óxido de etileno)(11 moles de óxido de etileno)	170 gramos
		Producto alcalino(fosfato disódico)	13 gramos
		Agua	<u>654 gramos</u>
10		TOTAL	1.000 gramos

Después de efectuar la formulación del concentrado anterior el pH era de 6,5 y el yodo disponible de 1,73% por valoración con tiosulfato sódico. Cuatro meses más tarde el pH era de 5,7 y el yodo disponible de 1,4%. Una muestra del mismo concentrado mantenida a 37,8°C durante cuatro meses dió por análisis 1,26% de yodo disponible.

20

25

Tabla 3 - (Continuación)

	3. Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de poe.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 2 moles de diácido)	135 gramos
5	Yodo	14 gramos
	Condensado de octil-fenol-poli(óxido de etileno)(11 moles de óxido de etileno)	50 gramos
	Agua	<u>847 gramos</u>
	TOTAL	1.046 gramos
10	Yodo disponible - 0,79%	
<hr/>		
	4. Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de poe.) de ácido dicarboxílico (1 mol de peg. para 2 moles de diácido)	135 gramos
15	Yodo	14 gramos
	Fosfato disódico	8 gramos
	Fosfato monosódico	3 gramos
	Propilenglicol	20 gramos
20	Condensado de octil-fenol-poli(óxido de etileno)(11 moles de óxido de etileno)	40 gramos
	Agua	<u>840 gramos</u>
	TOTAL	1060 gramos
25	Yodo disponible - 0,46%	
<hr/>		

Tabla 3 - (Continuación)

	5.	Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de poe.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 1 mol de diácido)	10,5	gramos
5		Yodo	19,5	gramos
		Solubilizador -éster monofosfato de 3 moles de fenol etoxilado (vendido por Witco Chemical bajo la marca registrada Emcol TS-211)	300	gramos
		Agua	<u>670</u>	<u>gramos</u>
10		TOTAL	1.000	gramos

Yodo disponible - 1,27%

	6.	Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de poe.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 1 mol de diácido)	10,5	gramos
15		Yodo	19,5	gramos
		Solubilizador- éster monofosfato de 9,5 moles de nonilfenol etoxilado (vendido por Rohm and Haas con la marca registrada QS-30)	200	gramos
20		Agua	<u>770</u>	<u>gramos</u>
		TOTAL	1000	gramos

Yodo disponible - 1,27%

25

Tabla 3 - (Continuación)

	7.	Monoéster de polipropilenglicol (10-13 moles de pop.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de ppg para 2 moles de diácido)	11,31 gramos
5		Yodo	18,69 gramos
		Agua	670 gramos

10 Se añadieron 300 gramos de cada uno de los solubilizadores siguientes, a tandas separadas de la fórmula anterior para completar las formulaciones:

(a) Sulfato de sodio de nonilfenol poli(etilenoxi)-etanol (Vendido con la marca registrada Alipal EO 526, por GAF Co.)

15 Yodo disponible - 1,27%

(b) éster de mono y di-fosfato de 6 moles de alcoholes normales de C₈ a C₁₈ etoxilados (Vendido con la marca registrada Gafac GB-520, por GAF)

Yodo disponible - 0,83%

20 (c) éster monofosfórico de 4 a 6,8 OE-OP sobre alcoholes normales de C₁₀ a C₁₂

Yodo disponible - 1,27%

25

Tabla 3 - (Continuación)

	8.	Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de peg.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para un mol de diácido)	1,1 gramos
5		Yodo	1,9 gramos
		Solubilizador-Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de peg.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg para 1 mol de diácido)	8,0 gramos
10		Solubilizador -éster monofosfato de 9,5 moles de nonilfenol etoxilado	2,0 gramos
		Agua	<u>87,0 gramos</u>
		TOTAL	100 gramos
<hr/>			
	9.	Monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de peg.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 1 mol de diácido)	1,1 gramos
15		Yodo	1,9 gramos
		Solubilizador- monoéster de polietilenglicol (13,5 moles de peg.) de ácido dicarboxílico de C-21 (1 mol de peg. para 1 mol de diácido)	8,0 gramos
20		Solubilizador -éster monofosfato de 9,5 moles de fenol etoxilado	2,0 gramos
		Agua	<u>87,0 gramos</u>
		TOTAL	100 gramos
<hr/>			

25

Ejemplo 5 - Eficacia germicida

El concentrado 2 de monoéster de polipropilenglicol de ácido dicarboxílico de C-21, de la Tabla 3, fue evaluado para determinar su acción bactericida mediante el Ensayo de Concentración Equivalente Germicida de Cloro Disponible de A.O.A.C. (A.O.A.C. - Methods of Analysis, 11ª Ed. 1970 páginas 63-64) y se encontró que era igual a la del hipoclorito de sodio. El yodo disponible del Yodóforo a 50, 25 y 12,5 partes por millón se ensayó frente a una solución patrón de hipoclorito de sodio de 200, 100 y 50 partes por millón de cloro. Los ensayos fueron llevados a cabo sobre dos organismos: *Salmonella typhosa*, ATCC 6539 y *Staphylococcus aureus*, ATCC 6538. Los resultados de este ensayo mostrados en la Tabla 4, indican que el desinfectante yodado es equivalente desde el punto de vista bactericida, al hipoclorito patrón.

20

25

Tabla IV - Eficacia Bactericida

1. Salmonella Typhosa - ATCC - 6539

5

Ensayo de Concentración Equivalente

Germicida de Cloro Disponible

	Germicida	Conc. PPM =	Series de subcultivos									
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
10	Testigo, NaOCl	200	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+
15		100	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+
		50	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+
20	Concentrado 2 Tablá 3	50	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+
25		12,5	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+

Coeficiente de Fenol

	5 min.	10 min.	15 min.
1-80	+	+	-
1-90	+	+	-
1-100	+	+	+

30-6-75

Tabla IV - (Continuación)

2. Staphylococcus Aureus - ATCC - 6538

5

Ensayo de Concentración Equivalente
Germicida de Cloro Disponible

10

15

20

Germicida	Concn. PPM. =	Series de subcultivos									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Testigo, NaOCl	200	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+
	100	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+
	50	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Concentrado 2 Tabla 3	50	-	-	-	-	-	-	-	+	+	+
	25	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+
	12,5	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+

25

Coefficiente de fenol

5 min.

10 min.

15 min.

1-60

-

-

-

1-70

+

+

-

1-80

+

+

+

REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

- 10 1ª.- Un procedimiento para preparar un concentrado de yodóforo aniónico que contiene: (a) una composición que consta esencialmente de monoéster de glicol de poli(óxido de alcoholeno) de ácido dicarboxílico de C-21 que
- 15 tiene una relación molar de glicol de poli(óxido de alcoholeno) a ácido dicarboxílico de C-21 comprendida entre aproximadamente 1 a 1 y aproximadamente 1 a 2 y en cuyo monoéster el glicol de poli(óxido de alcoholeno) contiene de aproximadamente 3 a aproximadamente 34 moles de poli(óxido de alcoholeno), conteniendo dicho monoéster de aproximadamente 1 a
- 20 aproximadamente 47% en peso de yodo disponible; (b) una cantidad eficaz de por lo menos un solubilizador de yodo seleccionado del grupo que consta de ésteres fosfato alcoxilados aniónicos, ésteres sulfato alcoxilados aniónicos, y monoésteres aniónicos del glicol de poli(óxido de alcoholeno) de
- 25 ácido dicarboxílico de C-21, que tienen una relación molar

de glicol de poli(óxido de alcoholeno) a ácido dicarboxí-
lico de C-21 comprendida entre aproximadamente 1 a 1 y
aproximadamente 1 a 2, y en cuyo monoéster el glicol de
poli(óxido de alcoholeno) contiene aproximadamente 3 a
5 aproximadamente 34 moles de poli(óxido de alcoholeno); y
(c) opcionalmente agua en una cantidad de 0 a 25% en peso;
estando caracterizado dicho procedimiento por las opera-
ciones de hacer reaccionar con yodo el monoéster de glicol
de poli(óxido de alcoholeno) de ácido dicarboxílico de C-21
10 añadiendo cristales de yodo al monoéster y agitando a con-
tinuación la mezcla hasta que haya reaccionado la totalidad
de los cristales de yodo, efectuándose la reacción por ca-
lentamiento moderado de la mezcla para acelerar la reacción,
mezclar con la composición yodada resultante el solubiliza-
15 dor de yodo y opcionalmente el agua y ajustar el pH del con-
centrado final a un valor comprendido entre aproximadamente
4 y aproximadamente 6,5.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación
1ª, en el que el glicol de poli(óxido de alcoholeno) es po-
20 lietilenglicol que contiene aproximadamente 13,5 moles de
poli(óxido de etileno) y la relación molar de glicol a áci-
do carboxílico de C-21 es de aproximadamente 1 a 1.

3ª.- Un procedimiento según la reivindicación
1ª, en el que el solubilizador de yodo es aniónico o no ióni-
25 co.

4ª.- UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN CON-
CENTRADO DE YODOFORO ANIONICO.

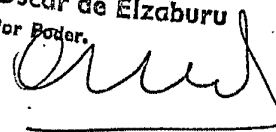
Tal y como se ha descrito en la Memoria que
antecede y para los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de treinta y ocho hojas
escritas a máquina por una sola cara.

MADRID, 27.ENE.1977 .

P.A.

Oscar de Elzaburu
Por Poder.



25.1.77
CGD.