

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 661 560**

51 Int. Cl.:

C07D 261/14 (2006.01)

A01N 43/80 (2006.01)

D06M 13/352 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2015 E 15188785 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.12.2017 EP 3153506**

54 Título: **Isoxazoles, un procedimiento para su preparación y uso de los mismos**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.04.2018

73 Titular/es:
SANKO TEKSTIL ISLETMELERI SAN. VE TIC. A.S.
(100.0%)
Organize Sanayi Bölgesi 3. Cadde
16400 Inegöl-Bursa, TR

72 Inventor/es:
AKER, ACELYA;
OCAL, NUKET;
ERGINDEMIR, HIKMET NIL y
HAMITBEYLI, AGAMIRZE

74 Agente/Representante:
TORNER LASALLE, Elisabet

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 661 560 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Isoxazoles, un procedimiento para su preparación y uso de los mismos

Antecedentes técnicos

5 La radiación ultravioleta (tanto UVA como UVB) contribuye a las quemaduras solares, al envejecimiento de la piel, a lesiones oculares y al cáncer de piel. Por lo tanto, comúnmente se reconoce la importancia de evitar una exposición excesiva al sol y de protegerse aplicando protectores solares a la piel.

Últimamente se está haciendo popular la vestimenta de protección solar, denominándose a tal vestimenta EPP (equipos de protección personal).

10 En algunos casos, los EPP también pueden proteger al cuerpo contra infecciones, creando una barrera entre el usuario y los gérmenes, y son especialmente útiles para profesionales de la salud u operarios de laboratorios biológicos.

De hecho, los EPP están diseñados para reducir la exposición a peligros, ya estén causados por el sol o por la exposición a otra fuente de radiación UV, o por bacterias, hongos, virus y similares.

15 Existe la necesidad de desarrollar tejidos mejorados para la manufactura de EPP que proporcionen una barrera más eficaz entre el usuario y el entorno.

Ámbito de la invención

Es un ámbito de la invención proporcionar nuevos compuestos que tengan un anillo de isoxazol.

Es un ámbito adicional de la invención proporcionar nuevos compuestos que sean capaces de impartir un efecto textil de protección solar y antiinfeccioso.

20 Es un ámbito adicional de la invención proporcionar prendas y EPP que estén dotadas de efecto de protección solar y antiinfeccioso y que estén fabricadas de los nuevos compuestos de la invención.

Es otro ámbito de la invención proporcionar un proceso para la preparación de los nuevos compuestos de la invención.

Se lograrán estos y otros ámbitos mediante el contenido de la invención divulgada en la presente memoria.

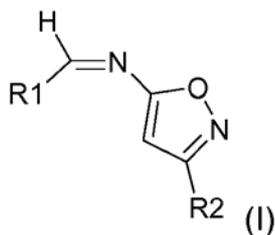
25 Breve descripción de los dibujos

Las Figuras 1 a 20 muestran los datos analíticos de los compuestos de los ejemplos.

Las Figuras 21 a 25 muestran los resultados del ensayo de FPU en tejidos no tratados y en tejidos tratados.

Descripción de la invención

30 Según uno de sus aspectos, la presente invención versa sobre nuevos compuestos de fórmula (I)



en la que

R₁ es un hidrocarburo policíclico fusionado aromático no sustituido que tiene 10 a 18 átomos de carbono;

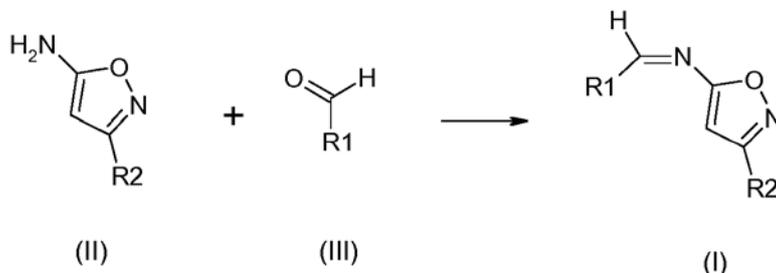
R₂ es un grupo alquilo C1-C10 acíclico saturado o insaturado, lineal o ramificado, no sustituido.

35 Según una realización preferente, R₁ es un grupo seleccionado entre naftalenilo, antraceno y pirenilo. Particularmente preferentes son los grupos 1-naftalenilo; 2-naftalenilo; 9-antraceno y 1-pirenilo.

Según una realización preferente, R₂ es un grupo alquilo C1-C4, más preferentemente un grupo metilo.

En los compuestos de fórmula (I), debido al emplazamiento en el anillo de isoxazol, puede haber presente un isomerismo geométrico sin-anti. La presente invención abarca todos los isómeros geométricos posibles.

Los compuestos de la invención pueden ser preparados mediante un proceso según el siguiente Esquema



El proceso recién mostrado representa otra materia objeto de la invención.

- 5 En el proceso de la invención, se hace que un compuesto de fórmula (II) reaccione con el aldehído carboxílico de fórmula (III) en un disolvente apropiado, con un catalizador ácido.

Los compuestos de fórmula (II) y (III) son conocidos en la técnica o pueden ser preparados mediante procedimientos conocidos.

- 10 Preferentemente, la proporción molar compuesto (II)/compuesto (III) es aproximadamente 1/1. Los disolventes preferentes se seleccionan entre disolventes aromáticos, tales como el tolueno, y los alcoholes inferiores, tales como el etanol. Sin embargo, puede usarse cualquier disolvente que muestre una polaridad similar a la de los disolventes preferidos, según la presente invención.

Para lograr el catalizador ácido, es posible añadir cantidades catalíticas de ácidos de Brønsted a la mezcla de reacción, preferentemente un ácido orgánico fuerte, tal como el ácido p-toluenosulfónico (TsOH).

- 15 La reacción se lleva a cabo de forma ventajosa a una temperatura entre los 50°C y la temperatura de reflujo de la mezcla de reacción, prefiriéndose la temperatura de reflujo.

También se prefiere añadir agentes absorbentes de agua a la mezcla de reacción para aumentar la eficacia, tales como sílice o alúmina y tamices moleculares para eliminar el agua presente.

También es ventajoso llevar a cabo la reacción en un entorno inerte, tal como una atmósfera de nitrógeno o argón.

- 20 Generalmente, la reacción se completa en unas horas, tal como, por ejemplo, de 2 a 6 horas. Sin embargo, el experto en la técnica es capaz de seguir el desarrollo del flujo de reacción y el tiempo de finalización, que pueden ser determinados, por ejemplo, usando la técnica de CCF (cromatografía en capa fina).

Como alternativa al calentamiento convencional, la mezcla de reacción puede ser irradiada con microondas, preferentemente con microondas de baja potencia, tales como de 300-400W durante unos minutos.

- 25 Tras la finalización de la reacción, el compuesto de fórmula (I) es generalmente aislado por filtrado y, ventajosamente, purificado según los procedimientos convencionales, tales como, por ejemplo, agitándolo con uno o más disolventes y filtrando, o mediante técnicas cromatográficas.

En la sección experimental de la presente descripción se proporcionan ejemplos detallados de la anterior reacción.

- 30 Los compuestos de fórmula (I) pueden ser usados para impartir a los textiles un efecto de protección solar y antiinfeccioso.

La expresión "efecto de protección solar" significa que el textil y las prendas manufacturadas con él son capaces de proteger de la radiación UV al usuario.

- 35 La expresión "efecto antiinfeccioso" significa que el textil y las prendas son capaces de proteger al cuerpo contra infecciones, creando una zona de inhibición y destruyendo los gérmenes, tales como bacterias, especialmente bacterias Gram (+) y/u hongos y/o virus y/o protozoos y/o helmintos.

De hecho, se descubrió que recubrir tejidos con los compuestos de la invención aumenta los valores de calificación de FPU (factor de protección ultravioleta) y, también, confiere al tejido efectos antimicrobianos, especialmente efectos antibacterianos, particularmente contra bacterias Gram (+).

- 40 Este es un resultado técnico valioso que permite que los tejidos tratados sean usados en la manufactura, entre otros, de EPP.

El uso de compuestos de fórmula (I) en el campo textil, en la preparación de tejidos de protección solar y antiinfecciosos y en la manufactura de EPP también es una materia objeto de la invención, así como tejidos, vestimenta y EPP tratados, especialmente recubiertos, con los compuestos de fórmula (I).

5 Es otra materia objeto de la invención un procedimiento para lograr tejidos de protección solar y tejidos antiinfecciosos que comprende tratar dichos tejidos con los compuestos de fórmula (I).

Los términos "tratar" o "tratando" significan que los tejidos o la vestimenta o similares son recubiertos o empapados con el compuesto de la invención.

10 Estos tejidos pueden ser obtenidos disolviendo los compuestos de la invención en un disolvente adecuado —es decir, en un disolvente que sea capaz de disolver compuestos de fórmula (I), tales como, por ejemplo, diclorometano—, y la solución puede ser añadida a una pasta convencional de estampado y luego aplicada a los tejidos.

15 Puede llevarse a cabo el procedimiento de estampado a la lionsa para la aplicación de estampado, en el que para la pasta de estampado pueden usarse resinas acrílicas y poliméricas modificadas, así como reticulantes convencionales. Después, preferentemente, los tejidos pueden ser curados; por ejemplo, a 130°C durante 3-5 minutos.

Cualquier tipo de tejido puede ser recubierto con los compuestos de la invención, incluyendo tejidos de calada, macramé y tela no tejida.

Preferentemente, los tejidos son tejidos de algodón, ventajosamente tejidos de algodón al 100%.

Los tejidos también pueden ser tela vaquera.

20 Para determinar la radiación UV bloqueada o transmitida por los tejidos textiles, se siguió el conocido procedimiento AATCC 183. En la sección experimental de la descripción se dan detalles del procedimiento.

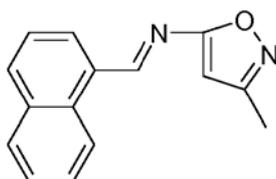
Según puede verse en la sección experimental, los tejidos tratados con los compuestos de la invención presentaron FPU sorprendentemente excepcionales, estando todos ellos muy por encima del límite de valores de FPU para ser incluidos en la "Categoría de excelente protección contra la radiación UV"; es decir, FPU 40.

25 Para determinar la actividad antimicrobiana de los tejidos textiles, se siguieron el estándar de lavado BS EN ISO 6330 5A y el estándar de ensayos antibacterianos AATCC 147:2011. En la sección experimental de la descripción se dan detalles del procedimiento.

Sección experimental

Ejemplo 1

30 5-metil-N-(1-naftalenilmetilen)-3-isoxazolamina



35 Se disuelven 5-amino-3-metilisoxazol y 1-naftalenilaldehído en una proporción molar 1/1 en tolueno absoluto en presencia de una cantidad catalítica de TsOH y de un tamiz molecular y se agitan a 110°C, en atmósfera de nitrógeno durante 4 horas. El precipitado es filtrado, tratado con acetonitrilo y sometido a ultrasonidos en un baño ultrasónico durante 3 minutos. El sólido es filtrado y secado en horno, dando el compuesto base como cristales amarillos (rendimiento del 58%).

Véanse las Figuras 1 a 5.

P.f. = 90-92°C; R_f = 0,28 (acetato etílico/n-hexano 1:5).

40 FTIR (ATR): ν = 3050 (estiramiento =CH aromático), 2918 ve 2849 (estiramiento CH alifático), 1618, 1595 y 1562 (estiramiento C=C y C=N), 1442, 1414 (flexión CH alifática interplanaria), 1337 (estiramiento CH metílico interplanario), 1175 (balanceo C-N), 732 ve 693 (flexión CH monoaromática) cm^{-1} .

45 RMN ^1H (CDCl_3 , 500 MHz): δ = 1,88 (s, 3H, CH_3), 6,38 (s, 1H, =CH), 7,34-7,51 (m, 4H, aromático), 7,81 (d, J = 8,51 Hz, 1H, aromático), 7,92 (dd, J = 8,19; 11,65 Hz, 1H, aromático), 8,66 (d, J = 8,51 Hz, 1H, aromático), 9,45 (s, 1H, =CH) ppm.

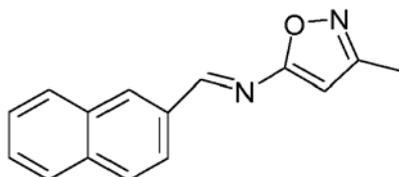
RMN ¹³C (CDCl₃, 125 MHz): δ= 12,35 (CH₃), 111,19 (CH), 123,57 (CH), 125,28 (CH), 126,34 (CH), 127,89 (CH), 128,82 (CH), 130,51 (CH), 130,87 (CH), 131,70 (Cq), 133,42 (Cq), 133,62 (Cq), 161,21 (Cq), 162,23 (Cq), 165,82 (CH) ppm.

5 LC-MS: 236 (M⁺).

UV (λ_{max}, CH₂Cl₂): 385 nm (c= 1,5×10⁻⁴, A=0,80, ε= 5,4×10³).

Ejemplo 2

5-metil-N-(2-naftalenilmetilen)-3-isoxazolamina



10 Se disuelven 5-amino-3-metilisoxazol y 2-naftalenilaldehído en una proporción molar 1/1 en tolueno absoluto en presencia de una cantidad catalítica de TsOH y de un tamiz molecular y se agitan a 110°C, en atmósfera de N₂ durante 4 horas. El precipitado es filtrado, tratado con etanol absoluto y sometido a ultrasonidos en un baño ultrasónico durante 3 minutos. El sólido es filtrado y secado en horno, dando el compuesto básico como cristales amarillos (rendimiento del 54%).

15 Véanse las Figuras 6 a 10.

Cristales amarillos; p.f. = 195-197°C; R_f= 0,31 (acetato etílico/n-hexano 1:5).

FTIR (ATR): ν= 3055 (estiramiento =CH aromático), 2927 ve 2890 (estiramiento CH alifático), 1595 y 1576 (estiramiento C=C y C=N), 1438, 1411 (flexión CH alifática interplanaria), 1373 (estiramiento CH metílico interplanario), 1176 (balanceo C-N), 753 ve 693 (flexión CH monoaromática) cm⁻¹.

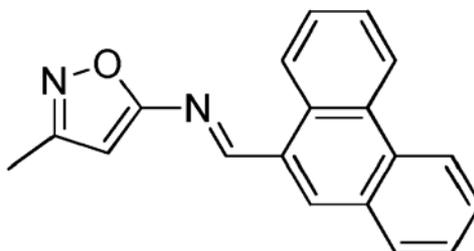
RMN ¹H (CDCl₃, 500 MHz): δ= 2,34 (s, 3H, CH₃), 6,01 (s, 1H, =CH), 7,54-7,61 (m, 2H, aromático), 7,88-7,96 (m, 3H, aromático), 8,14 (d, J= 9,77 Hz, 1H, aromático), 8,26 (s, 1H, aromático), 8,99 (s, 1H, =CH) ppm.

25 RMN ¹³C (CDCl₃, 125 MHz): δ= 12,33 (CH₃), 96,66 (CH), 123,68 (CH), 126,97 (CH), 127,93 (CH), 128,44 (CH), 128,87 (CH), 129,03 (CH), 132,97 (Cq), 133,36 (Cq), 135,70 (Cq), 138,17 (Cq), 161,66 (Cq), 163,42 (CH) ppm. GC-MS: 236 (M⁺).

UV (λ_{max}, CH₂Cl₂): 350 nm (c= 1,7×10⁻⁷, A=0,875, ε= 5,16×10⁶).

30 Ejemplo 3

5-metil-N-(9-fenantrenilmetilen)-3-isoxazolamina



35 Se disuelven 5-amino-3-metilisoxazol y 2-fenantrenilaldehído en una proporción molar 1/1 en etanol absoluto sometido a reflujo durante 20 horas en presencia de un tamiz molecular. La fase líquida es evaporada y purificada mediante cromatografía en columna usando gel de sílice como fase sólida y un sistema eluyente acetato etílico/n-hexano : 1/5, dando el compuesto base como cristales amarillos (rendimiento del 42%).

Véanse las Figuras 11 a 16.

P.f. = 170-171°C; R_f= 0,28 (acetato etílico/n-hexano 1:5).

ES 2 661 560 T3

FTIR (ATR): $\nu = 3051$ (estiramiento =CH aromático), 2917 (estiramiento CH alifático), 1600 y 1564 (estiramiento C=C y C=N), 1526, 1489, 1438, 1409 ve 1369 (flexión CH alifática interplanaria), 1194 (balanceo C-N), 745 ve 711 (flexión CH de anillo aromático monosustituido) cm^{-1} .

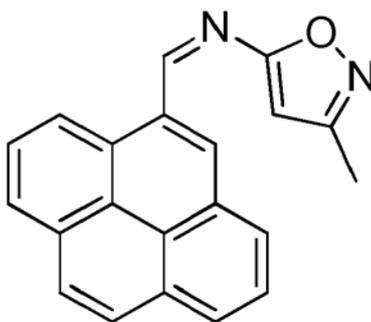
5 RMN ^1H (CDCl_3 , 500 MHz): $\delta = 2,30$ (s, 3H, CH_3), 6,09 (s, 1H, =CH), 7,57-7,60 (m, 1H, aromático), 7,67-7,72 (m, 3H, aromático), 7,95 (d, $J = 7,88$ Hz, 1H, aromático), 8,37 (s, 1H, aromático), 8,63 (d, $J = 8,19$ Hz, 1H, aromático), 8,69-8,71 (m, 1H, aromático), 9,09-9,11 (m, 1H, aromático), 9,42 (s, 1H, =CH) ppm.

10 RMN ^{13}C (CDCl_3 , 125 MHz): $\delta = 12,20$ (CH_3), 97,36 (CAr), 122,80 (CAr), 123,19 (CAr), 125,17 (CAr), 127,26 (CAr), 127,29 (CAr), 127,70 (CAr), 129,33 (CAr), 130,25 (Cq), 130,64 (Cq), 134,79 (CAr), 163,55 (CH) ppm. GC-MS (EI, 70eV): $m/z = 286$ (M^+).

UV (λ_{max} , CH_2Cl_2): 360 nm ($c = 1,48 \times 10^{-5}$, $A = 1,20$, $\epsilon = 8,1 \times 10^4$).

Ejemplo 4

15 5-metil-N-(2-pirenilmetilen)-3-isoxazolamina



20 Se disuelven 5-amino-3-metilisoxazol y 2-pirenilaldehído en una proporción molar 1/1 en etanol absoluto en presencia de una cantidad catalítica de TsOH y son sometidos a ultrasonidos en un baño ultrasónico. Después de la adición de sílice, la mezcla de reacción es irradiada con radiación de microondas de 360W durante 5 minutos. El residuo es lavado con cloroformo y diclorometano. La fase líquida es evaporada y purificada mediante cromatografía en columna usando gel de sílice como fase sólida y acetato etílico/n-hexano : 1/5 como sistema eluyente, dando el compuesto base como cristales amarillos (rendimiento del 36%).

Véanse las Figuras 17 a 20.

P.f. = 159-162°C; $R_f = 0,30$ (acetato etílico/n-hexano 1:5);

25 FTIR (ATR): $\nu = 3040$ (estiramiento =CH aromático), 2921 ve 2851 (estiramiento CH alifático), 1584, 1568 y 1505 (estiramiento C=C y C=N), 1441, 1408 (flexión CH alifática interplanaria), 1322 (estiramiento CH metílico interplanario), 1186 (balanceo C-N), 717 ve 694 (flexión CH de anillo aromático monosustituido) cm^{-1} .

30 RMN ^1H (CDCl_3 , 500 MHz): $\delta = 2,31$ (s, 3H, CH_3), 6,11 (s, 1H, =CH), 8,01 (dd, $J = 7,56; 9,77$ Hz, 2H, aromático), 8,13 (dd, $J = 8,19; 12,29$ Hz, 2H, aromático), 8,19-8,22 (m, 3H, aromático), 8,70 (d, $J = 8,19$ Hz, 1H, aromático), 8,88 (d, $J = 9,77$ Hz, 1H, aromático), 9,80 (s, 1H, =CH) ppm.

35 RMN ^{13}C (CDCl_3 , 125 MHz): $\delta = 12,12$ (CH_3), 96,84 (Cq), 97,28 (CAr), 98,32 (Cq), 122,01 (CAr), 124,44 (Cq), 124,89 (Cq), 126,40 (CAr), 126,61 (CAr), 126,82 (CAr), 126,96 (CAr), 127,37 (CAr), 129,77 (CAr), 129,87 (CAr), 130,05 (CAr), 130,48 (Cq), 131,18 (Cq), 131,79 (Cq), 134,71 (Cq), 161,40 (CH), 161,89 (Cq) ppm.

UV (λ_{max} , CH_2Cl_2): 425 nm ($c = 7,78 \times 10^{-6}$, $A = 1,1$, $\epsilon = 1,8 \times 10^4$).

Ejemplo 5

Ensayo del FPU

40 Procedimiento AATCC 183 - 2004

La transmisión de la radiación ultravioleta (UV-R) a través de una muestra se mide en un espectrofotómetro a intervalos de longitud de onda conocidos.

45 El factor de protección ultravioleta (FPU) se calcula como la proporción entre la irradiación de la radiación ultravioleta (UV-R) ponderada eritematosamente en el detector sin ninguna muestra y la irradiación UV-R ponderada eritematosamente en el detector con una muestra presente.

ES 2 661 560 T3

La irradiación UV-R ponderada eritematosamente en el detector sin ninguna muestra presente es igual a la suma entre intervalos de longitudes de onda de la irradiación espectral medida multiplicada por la eficacia espectral relativa para los espectros de acción eritematosa relevantes multiplicada por la función de ponderación de la UV-R del espectro apropiado de radiación solar multiplicado por el intervalo apropiado de longitudes de onda.

- 5 La irradiación UV-R ponderada eritematosamente en el detector con una muestra presente es igual a la suma entre intervalos de longitudes de onda de la irradiación espectral medida multiplicada por la eficacia espectral relativa para el espectro de acción eritematosa relevante multiplicada por la transmitancia espectral para la muestra multiplicada por el intervalo de longitudes de onda.

- 10 La protección porcentual contra la radiación UVA y UVB también se calcula según se da a conocer en el estándar AATCC 183 - 2004.

Resultados

Transmitancia o bloqueo de la radiación ultravioleta ponderada eritematosamente a través de tejidos según AATCC 183:2014

Acondicionamiento

- 15 Antes del ensayo: $21 \pm 1^\circ\text{C}$ de temperatura y $65 \pm 2\%$ de humedad relativa

En el momento del ensayo: 21°C de temperatura y 66% de humedad relativa

- 20 Calificación de valor de protección ultravioleta (según ASTM D 6603-Muestra no preparada): 1324

Clasificación de la protección: Categoría de excelente protección contra la radiación UV: hasta un valor de FPU de 40 o mayor.

Los resultados están documentados en las Figuras, en las cuales

- 25 – la Figura 21 muestra los resultados en una muestra de un tejido de calada no tratado de color crudo;
- la Figura 22 muestra los resultados en una muestra de un panel tejido estampado amarillo tratado con el compuesto del Ejemplo 1;
- 30 – la Figura 23 muestra los resultados en una muestra de una muestra textil tejida amarilla clara con el compuesto del Ejemplo 2;
- la Figura 24 muestra los resultados en un panel tejido blanco tratado con el compuesto del Ejemplo 3;
- 35 – la Figura 25 muestra los resultados en un panel tejido estampado amarillo tratado con el compuesto del Ejemplo 4.

Según puede verse por los datos documentados en las Figuras adjuntas, todas las muestras tratadas presentaron una excelente protección contra la radiación UV, mientras que la muestra no tratada no la presentaron.

Ejemplo 6

Ensayo antimicrobiano

- 40 Se llevaron a cabo ensayos antibacterianos usando el estándar de lavado BS EN ISO 6330 5A y el estándar de ensayos antibacterianos AATCC 147:2011.

Los resultados se documentan en la presente memoria a continuación.

Zona de inhibición, valor medio en mm	Desarrollo de bacterias	Evaluación
>1 0-1 0	Ninguno	Buen efecto
0	Ligero	Límite de eficacia
0 0	Moderadamente intenso	Efecto insuficiente

Ensayo en una muestra de tejido de calada amarillo estampado tratado con el compuesto del Ejemplo 1

Zona de inhibición, mm ⁽¹⁾	Desarrollo de bacterias ⁽²⁾
0	(-)

ES 2 661 560 T3

Zona de inhibición, mm ⁽¹⁾	Desarrollo de bacterias ⁽²⁾
(-) No se observó ninguna colonia bacteriana directamente debajo de la muestra tratada en la zona de contacto. Existe una zona de inhibición - Buen efecto (¹) Anchura de la zona clara de inhibición en mm (²) (-) Ninguna colonia bacteriana directamente debajo de la muestra tratada	

Microorganismo	Staphylococcus aureus ATCC 6538 Gram (+)
Tamaño de la muestra	25x50 mm
Temperatura de incubación	37°C ± 2°C
Tiempo de incubación	18-24 horas
Número de lavados	-
Procedimiento de lavado	-

Ensayo en una muestra de tejido de calada amarillo claro estampado tratado con el compuesto del Ejemplo 2

Zona de inhibición, mm ⁽¹⁾	Desarrollo de bacterias ⁽²⁾
0	(-)
(-) No se observó ninguna colonia bacteriana directamente debajo de la muestra tratada en la zona de contacto. Existe una zona de inhibición - Buen efecto (¹) Anchura de la zona clara de inhibición en mm (²) (-) Ninguna colonia bacteriana directamente debajo de la muestra tratada	

Microorganismo	Staphylococcus aureus ATCC 6538 Gram (+)
Tamaño de la muestra	25x50 mm
Temperatura de incubación	37°C ± 2°C
Tiempo de incubación	18-24 horas
Número de lavados	-
Procedimiento de lavado	-

Ensayo en una muestra de tejido de calada rosado tratado con el compuesto del Ejemplo 3

Zona de inhibición, mm ⁽¹⁾	Desarrollo de bacterias ⁽²⁾
0	(-)
Microorganismo	Staphylococcus aureus ATCC 6538 Gram (+)
Tamaño de la muestra	25x50 mm
Temperatura de incubación	37°C ± 2°C
Tiempo de incubación	18-24 horas
Número de lavados	-
Procedimiento de lavado	-
(-) No se observó ninguna colonia bacteriana directamente debajo de la muestra tratada en la zona de contacto. Existe una zona de inhibición - Buen efecto (¹) Anchura de la zona clara de inhibición en mm (²) (-) Ninguna colonia bacteriana directamente debajo de la muestra tratada	

5 Ensayo en una muestra de tejido de calada amarillo estampado tratado con el compuesto del Ejemplo 4

Zona de inhibición, mm ⁽¹⁾	Desarrollo de bacterias ⁽²⁾
0	(-)
(-) No se observó ninguna colonia bacteriana directamente debajo de la muestra tratada en la zona de contacto. Existe una zona de inhibición - Buen efecto (¹) Anchura de la zona clara de inhibición en mm (²) (-) Ninguna colonia bacteriana directamente debajo de la muestra tratada	

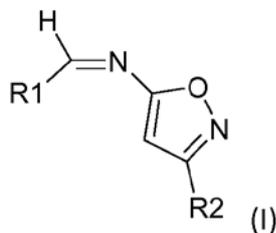
Microorganismo	Staphylococcus aureus ATCC 6538 Gram (+)
Tamaño de la muestra	25x50 mm
Temperatura de incubación	37°C ± 2°C
Tiempo de incubación	18-24 horas
Número de lavados	-

ES 2 661 560 T3

Microorganismo	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 6538 Gram (+)
Procedimiento de lavado	-

REIVINDICACIONES

1. Un compuesto de fórmula (I)



en la que

R₁ es un hidrocarburo policíclico fusionado aromático no sustituido que tiene de 10 a 18 átomos de carbono;

R₂ es un grupo alquilo C1-C10 acíclico saturado o insaturado, lineal o ramificado, no sustituido.

2. El compuesto según la reivindicación 1 caracterizado porque R₁ es un grupo seleccionado entre los grupos naftalenilo, antracenilo y pirenilo.

3. El compuesto según la reivindicación 1 o 2 caracterizado porque R₁ es un grupo seleccionado entre los grupos 1-naftalenilo; 2-naftalenilo; 9-antracenilo y 1-pirenilo.

4. El compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 caracterizado porque R₂ es un grupo alquilo C1-C4.

5. El compuesto según la reivindicación 4 caracterizado porque R₂ es un grupo metilo.

6. El compuesto según la reivindicación 1 que es seleccionado entre

5-metil-N-(1-naftalenilmetilen)-3-isoxazolamina,

5-metil-N-(2-naftalenilmetilen)-3-isoxazolamina,

5-metil-N-(9-fenantrenilmetilen)-3-isoxazolamina y

5-metil-N-(2-pirenilmetilen)-3-isoxazolamina.

7. El uso de al menos un compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en el campo textil y en la preparación de tejidos de protección solar y antiinfecciosos.

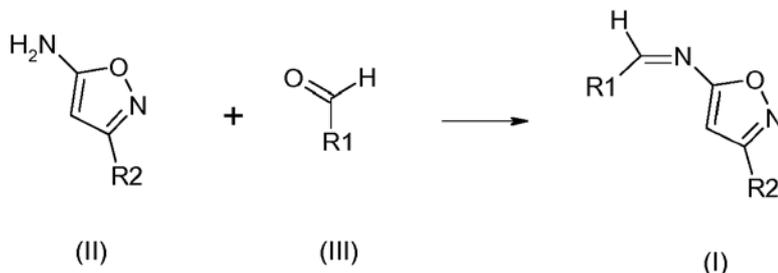
8. El uso según la reivindicación 7 caracterizado porque dichos tejidos son tejidos de algodón.

9. El uso según la reivindicación 7 caracterizado porque dichos tejidos son tela vaquera.

10. Un procedimiento para lograr tejidos de protección solar y tejidos antiinfecciosos que comprende tratar dichos tejidos con al menos un compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.

11. Un tejido, vestimenta y/o EPP tratados con al menos un compuesto de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.

12. Un proceso para la preparación de un compuesto según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 que comprende hacer reaccionar compuestos de fórmulas (II) y (III) según el siguiente Esquema



en un disolvente apropiado con un catalizador ácido.

13. El proceso de la reivindicación 12 caracterizado porque la proporción molar compuesto (II)/compuesto (III) es 1/1.
14. El proceso de la reivindicación 12 o 13 caracterizado porque dicho disolvente se selecciona entre tolueno y etanol.
- 5 15. El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14 caracterizado porque el catalizador ácido es ácido p-toluenosulfónico (TsOH).
16. El proceso de una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 15 caracterizado porque la mezcla de reacción también comprende uno o más agentes absorbentes de agua.

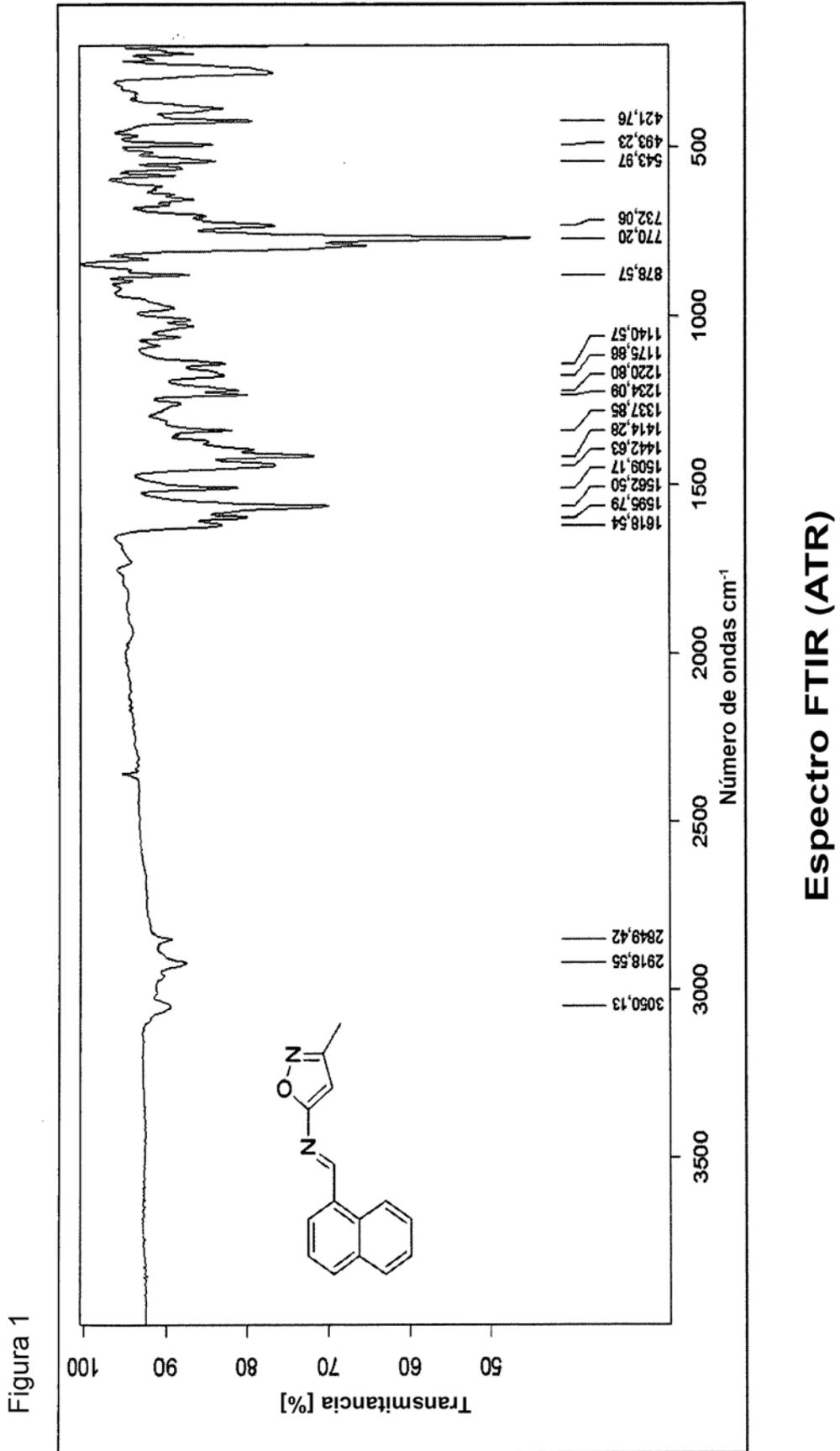
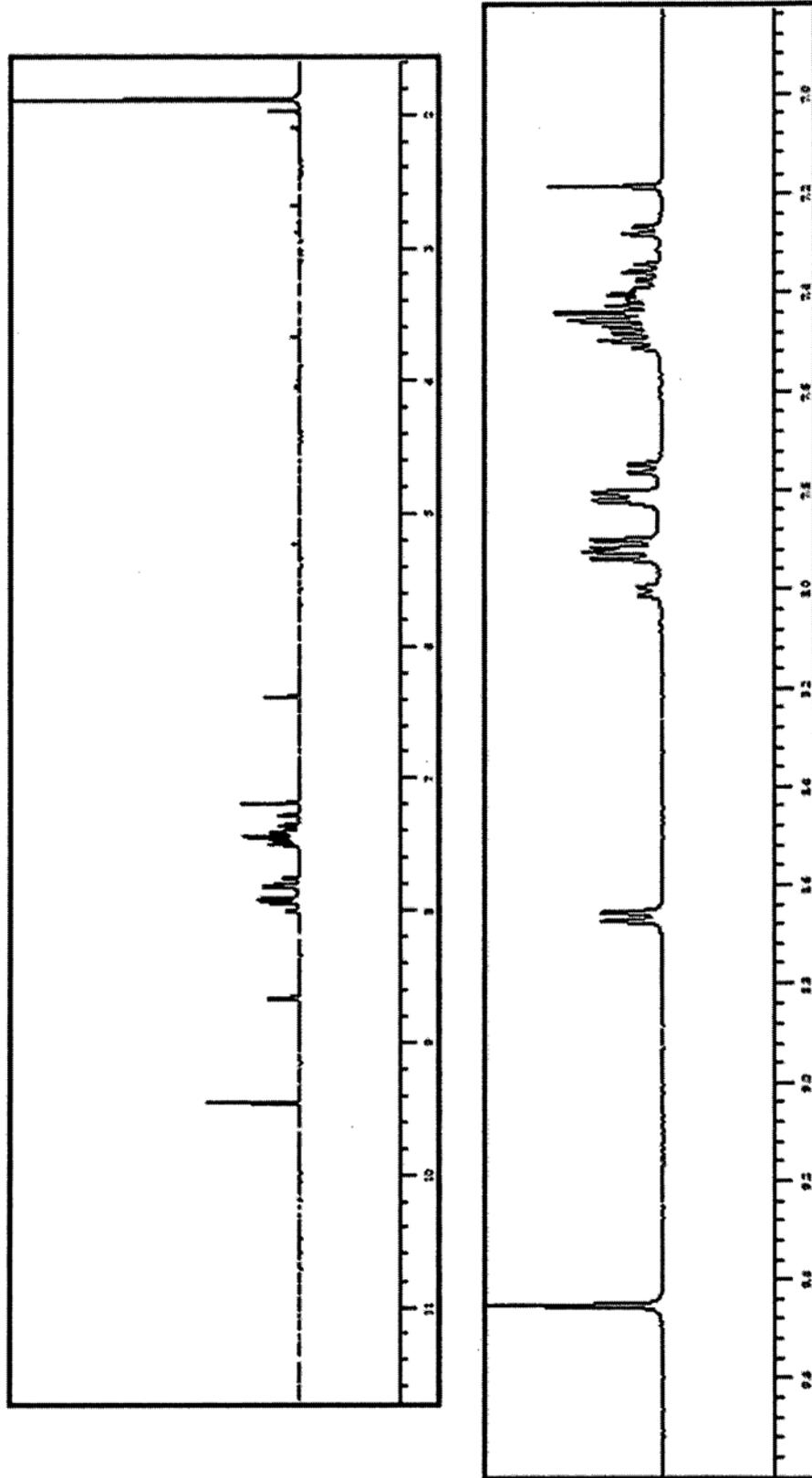
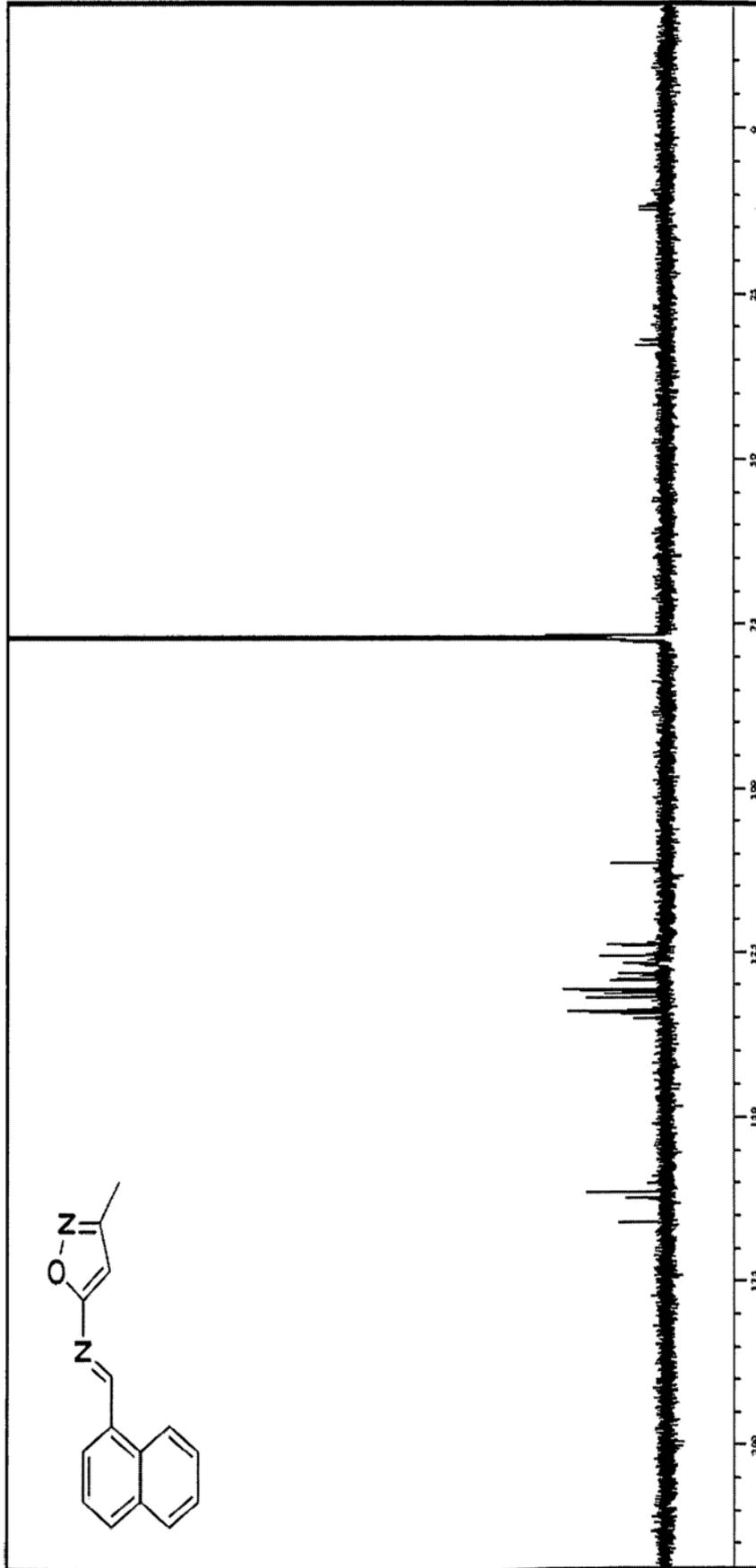


Figura 2



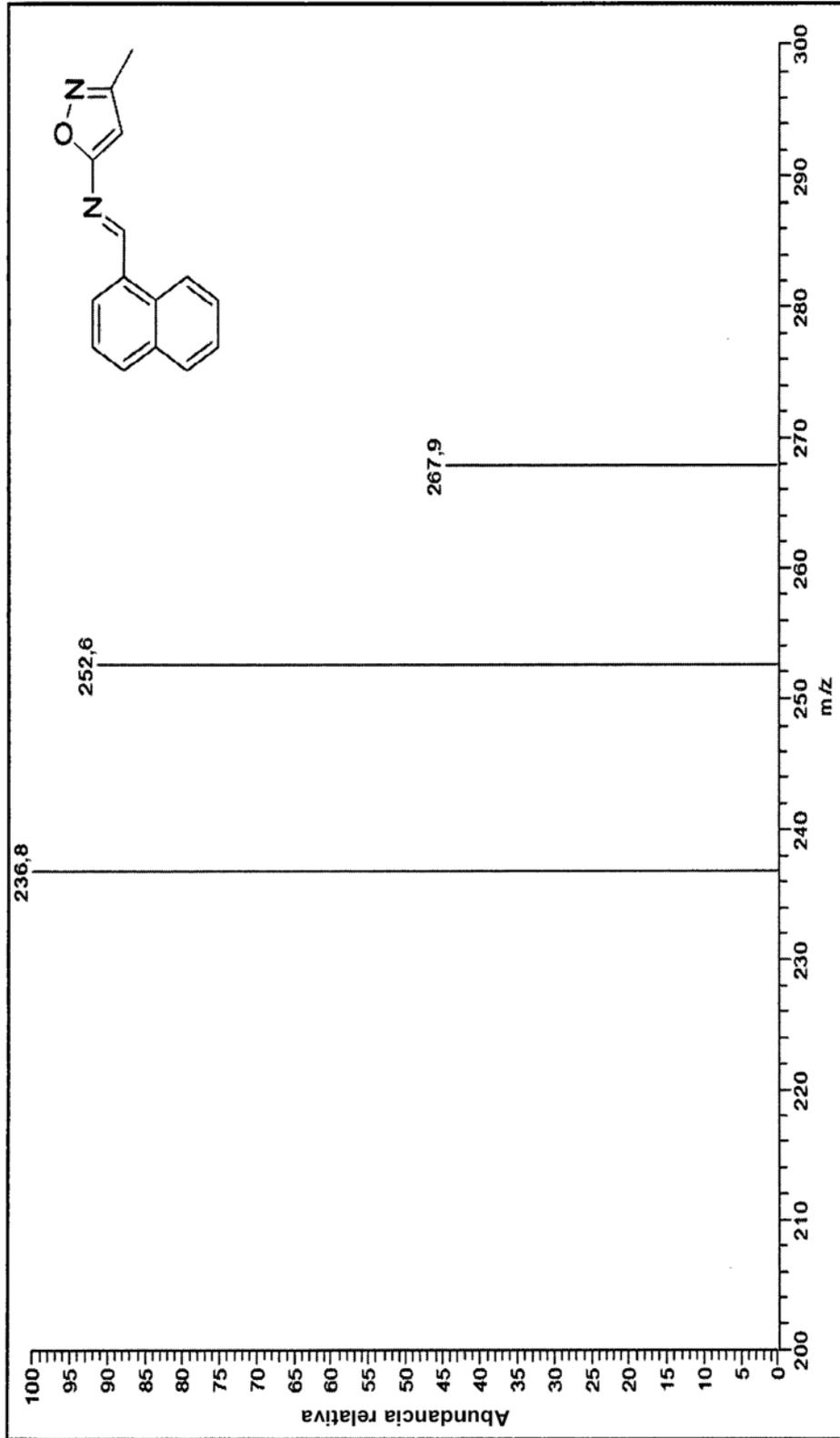
Espectro RMN ¹H

Figura 3



Espectro RMN ¹³C

Figura 4



Espectro GC-MS

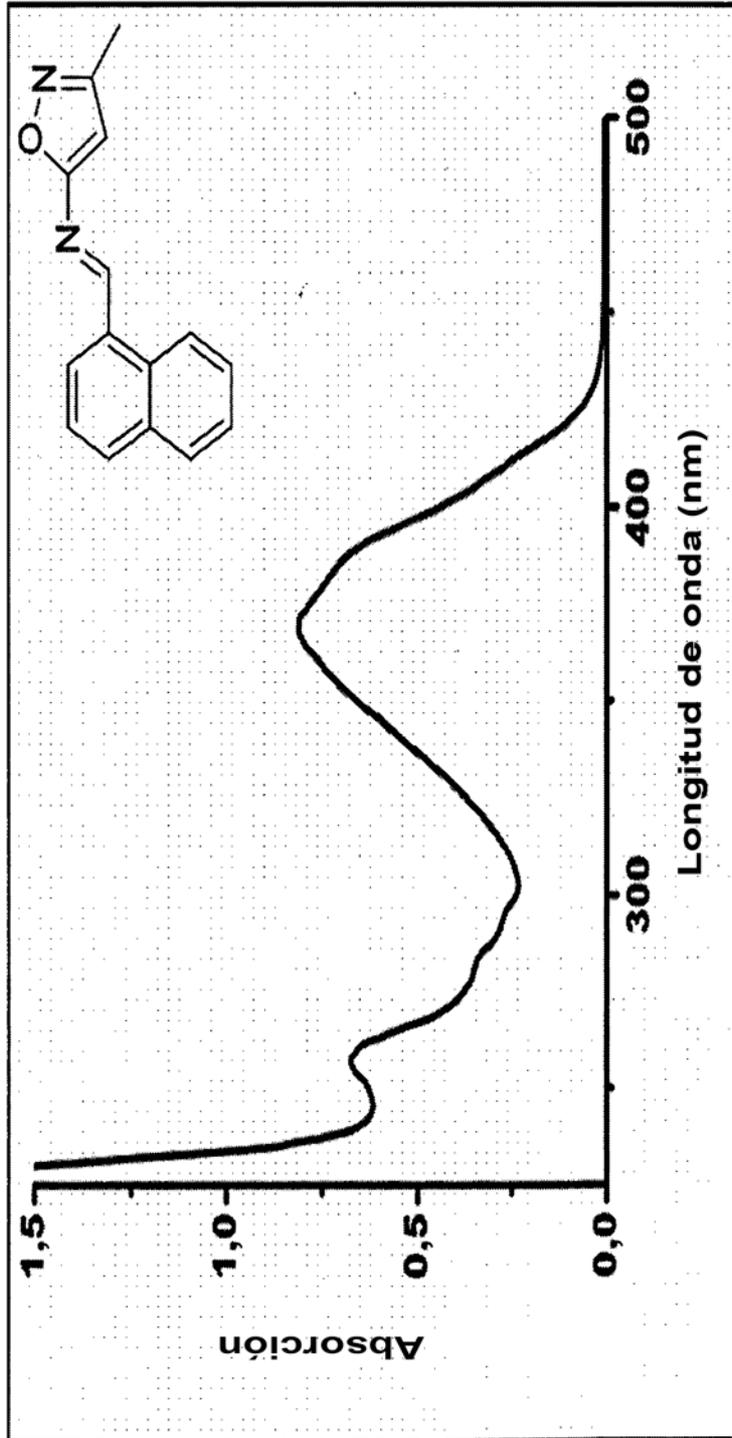
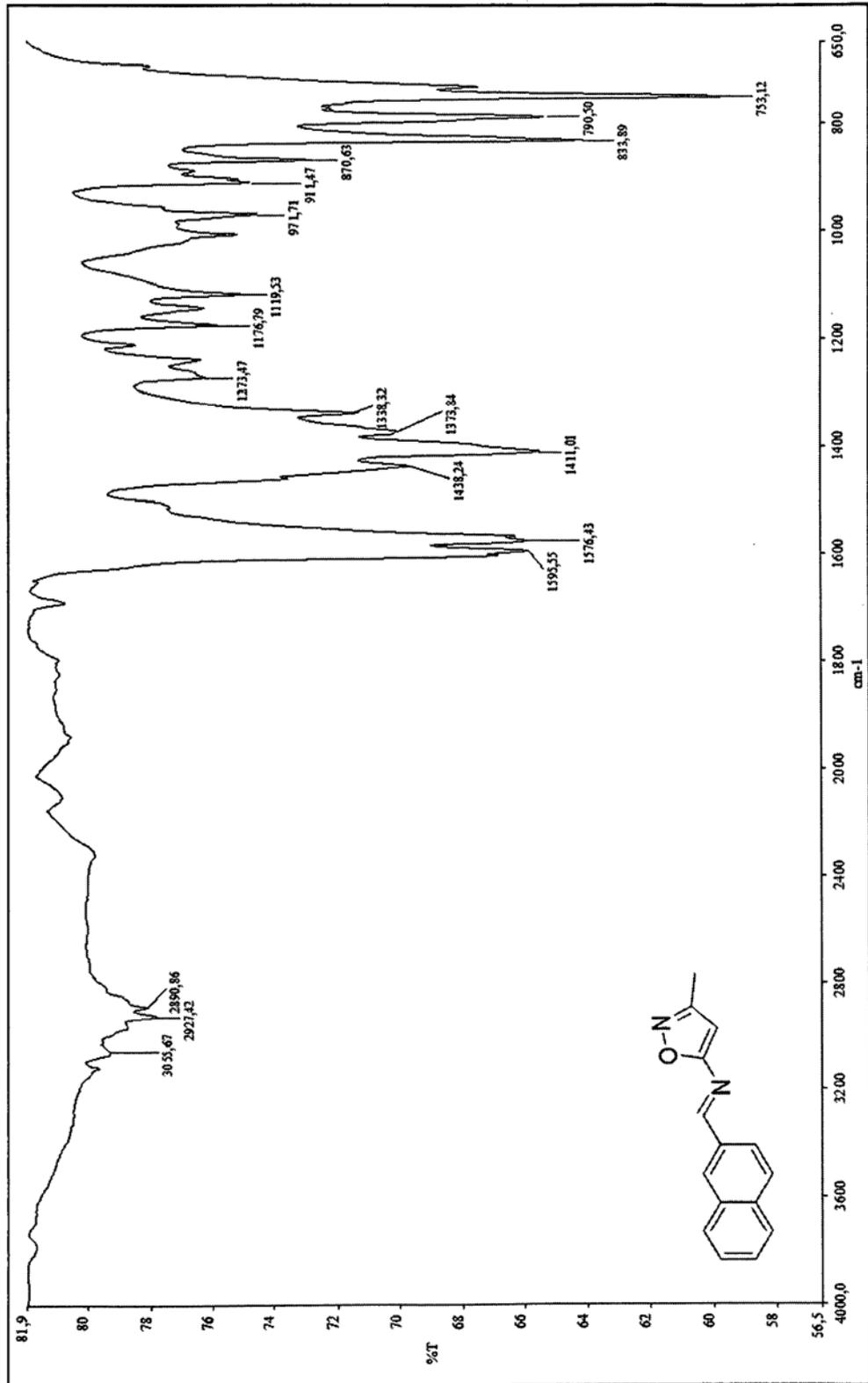


Figura 5

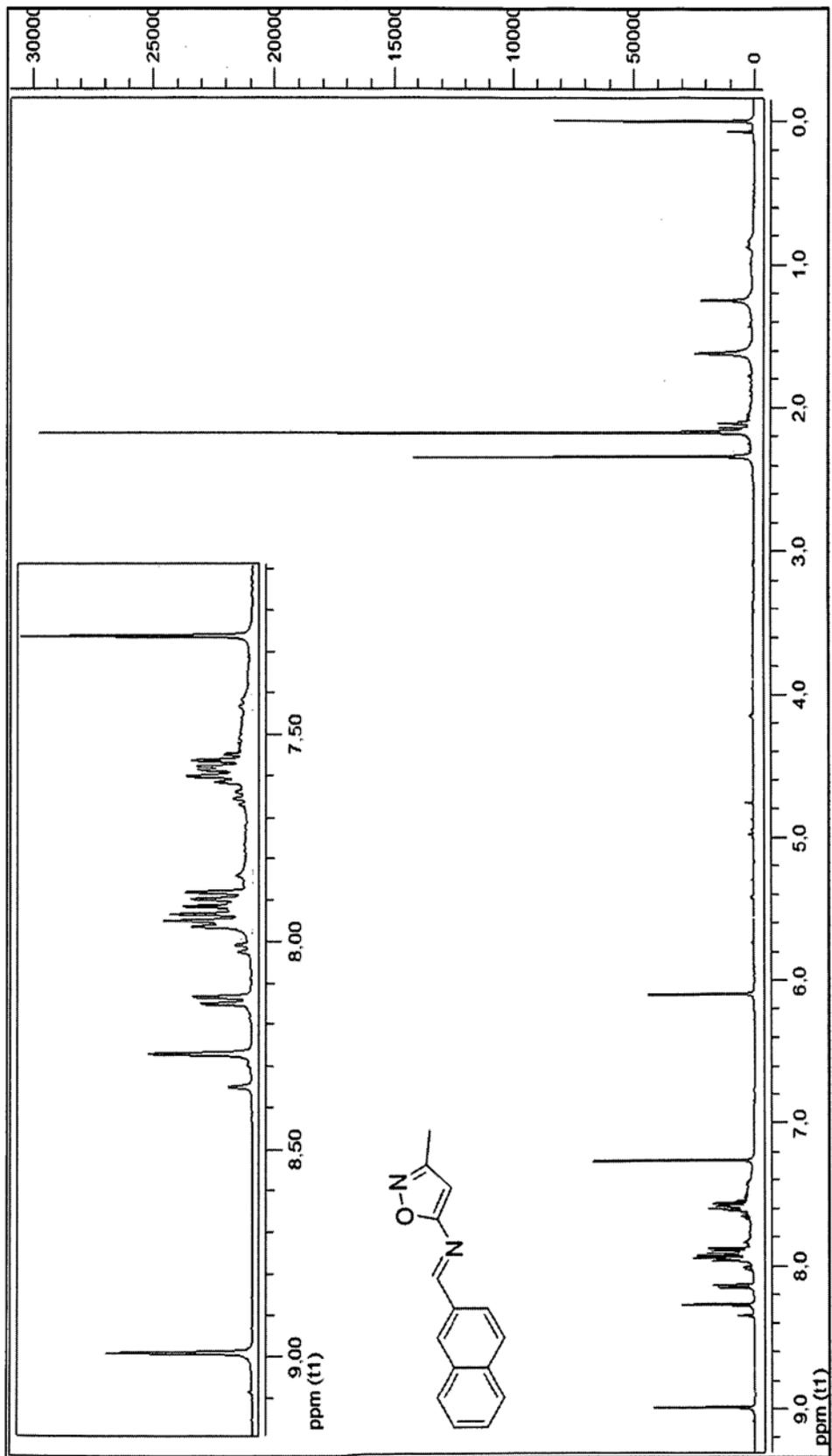
Espectro UV

Figura 6



Espectro FTIR (ATR)

Figura 7



Espectro RMN ¹H

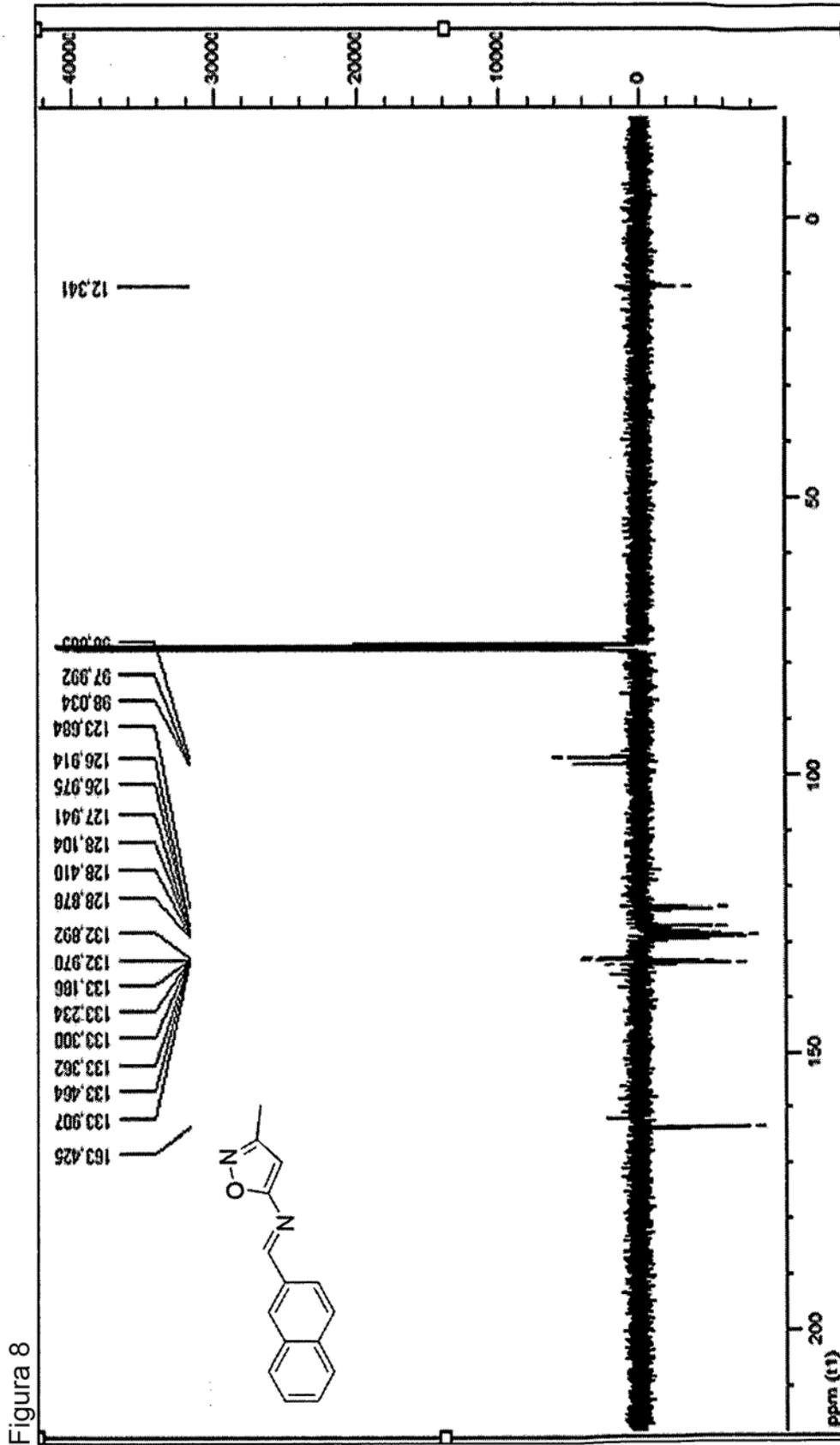
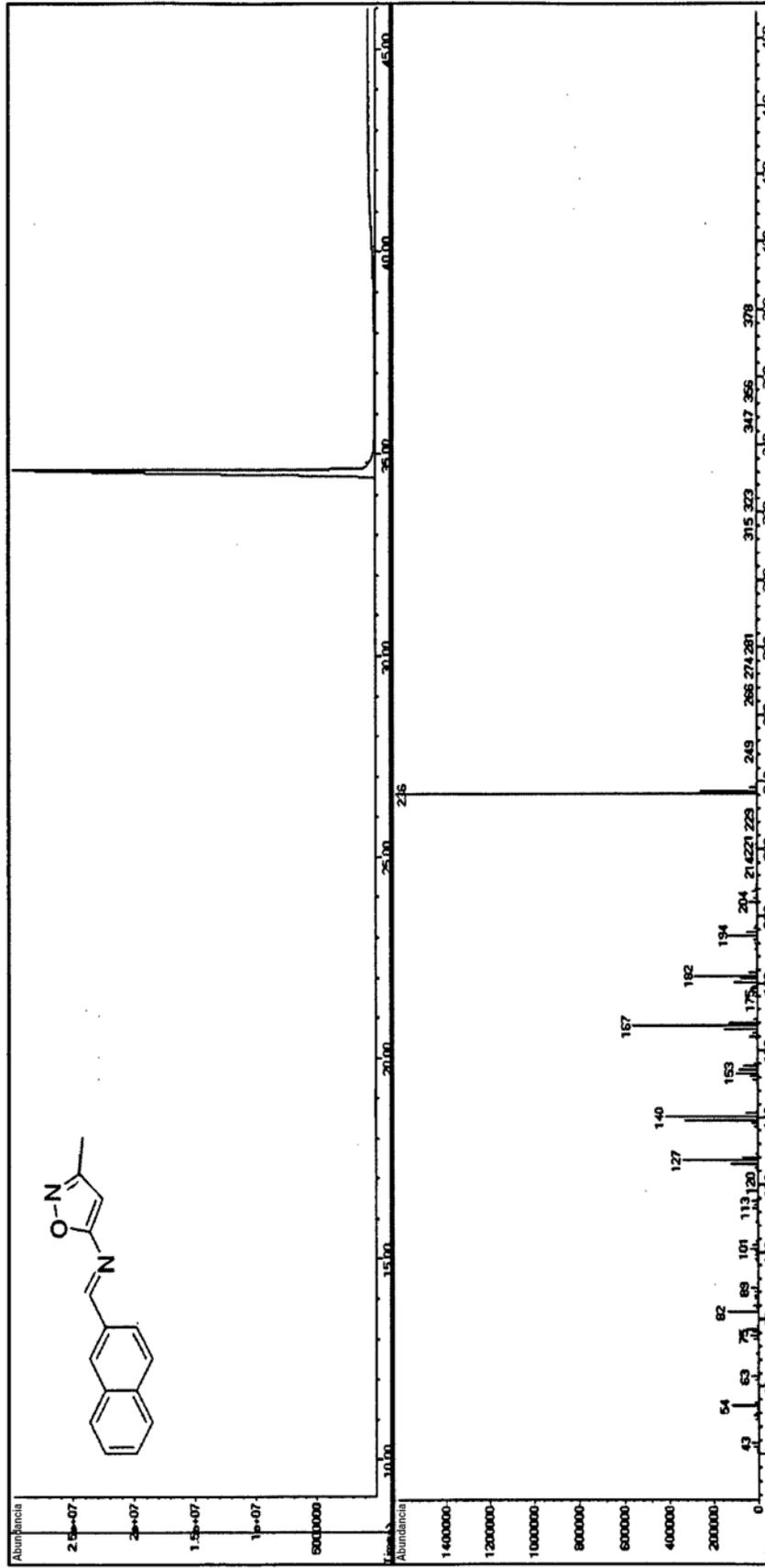
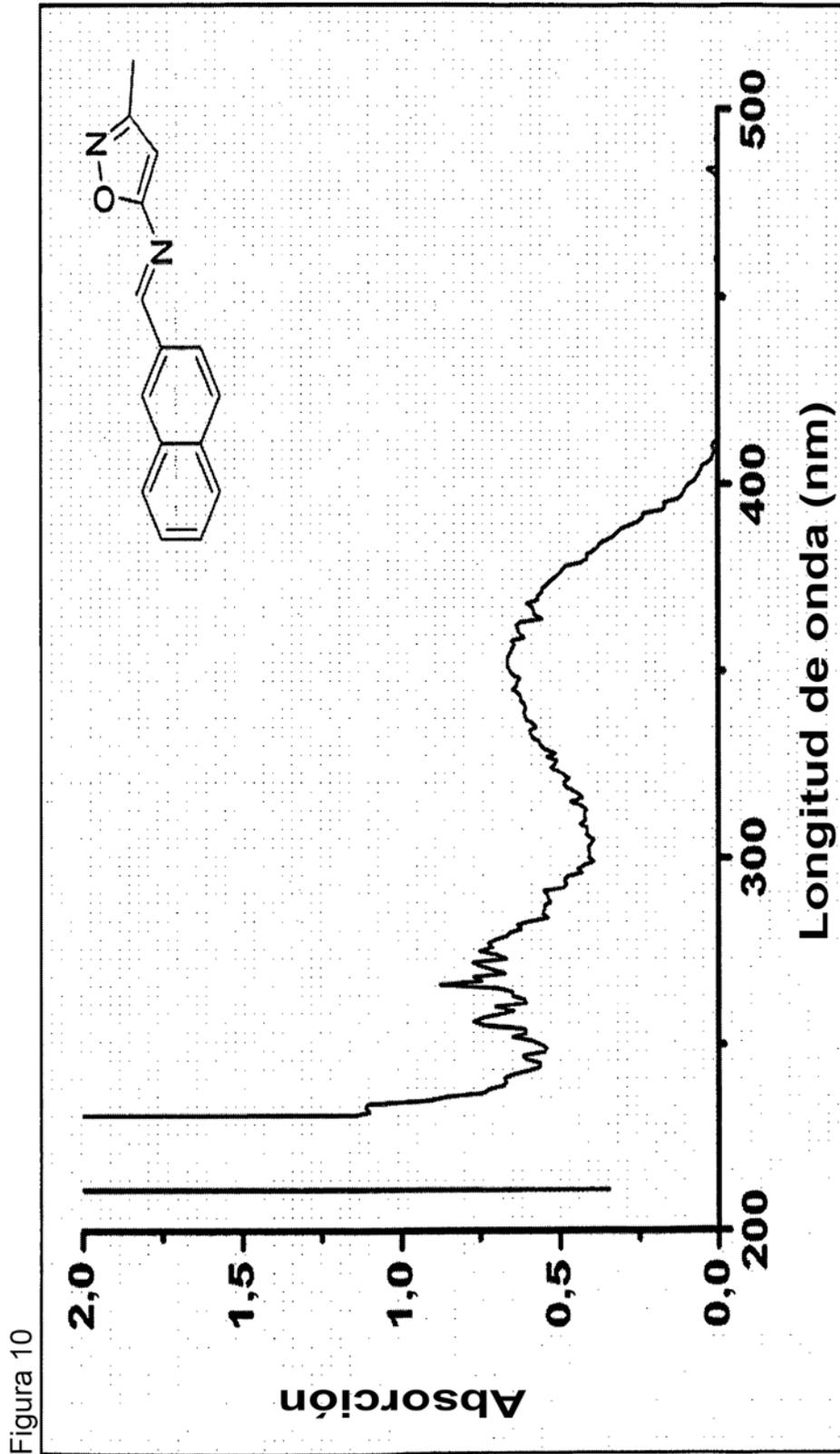


Figura 9

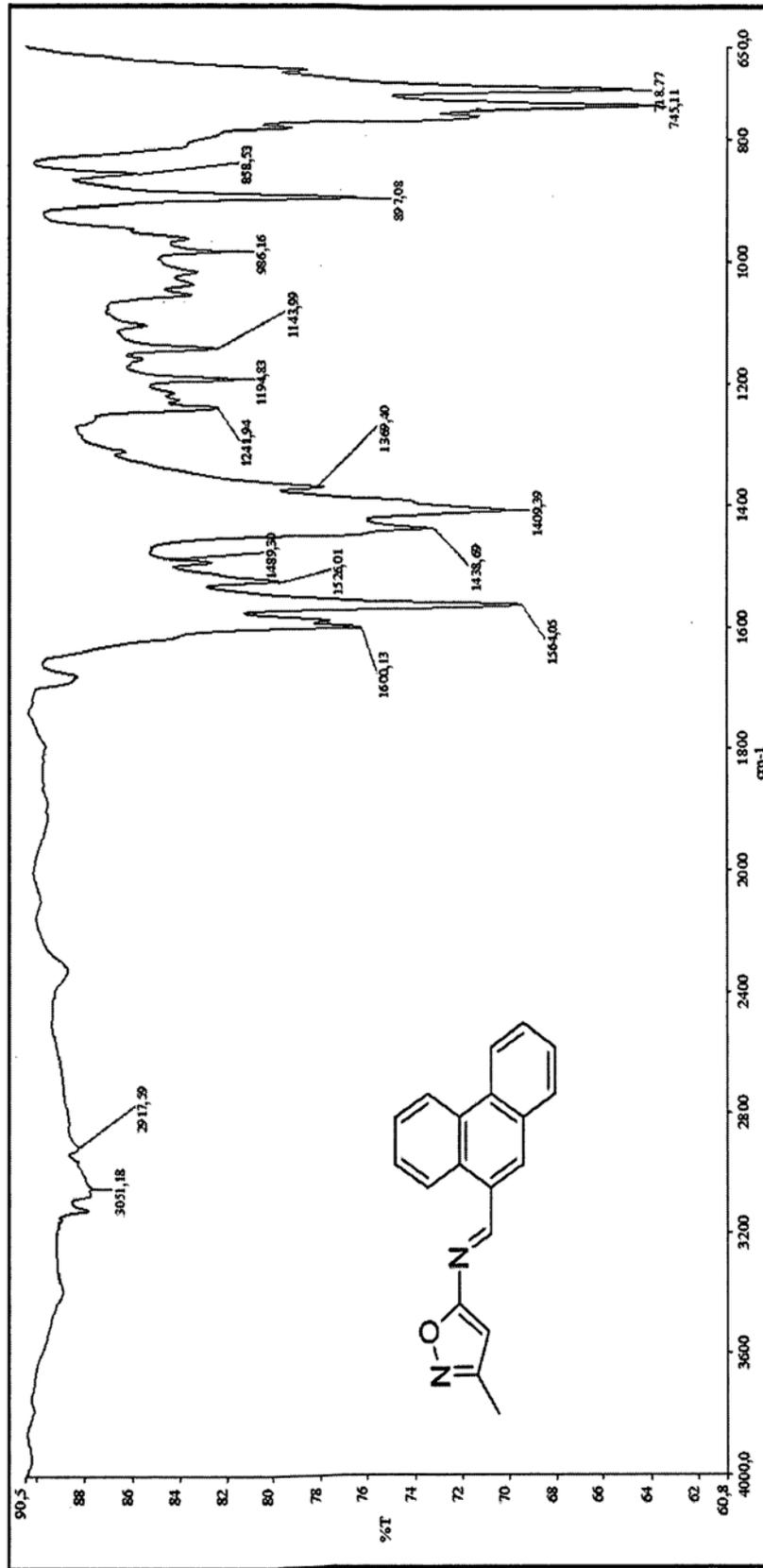


Espectro GC-MS



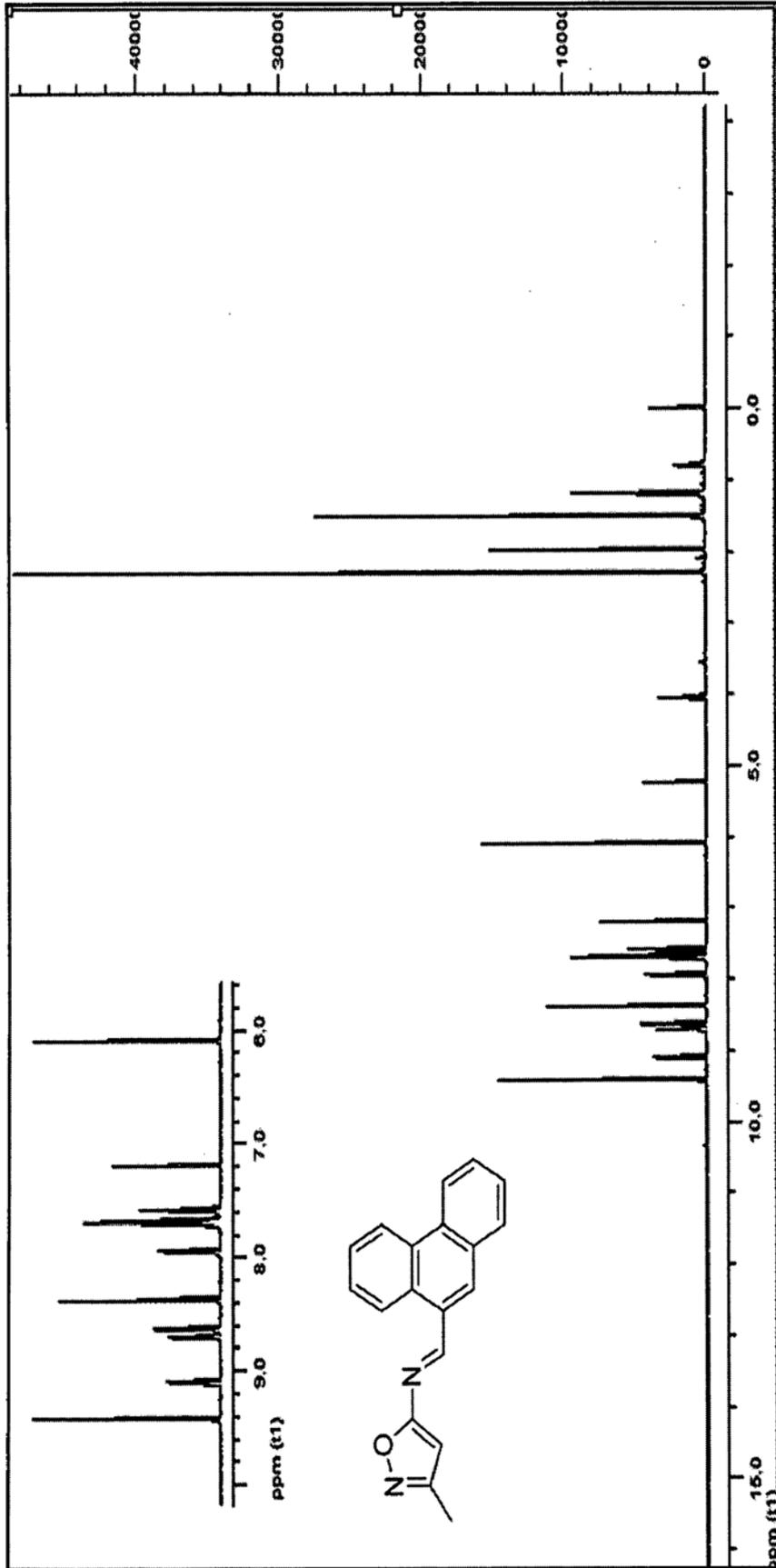
Espectro UV

Figura 11



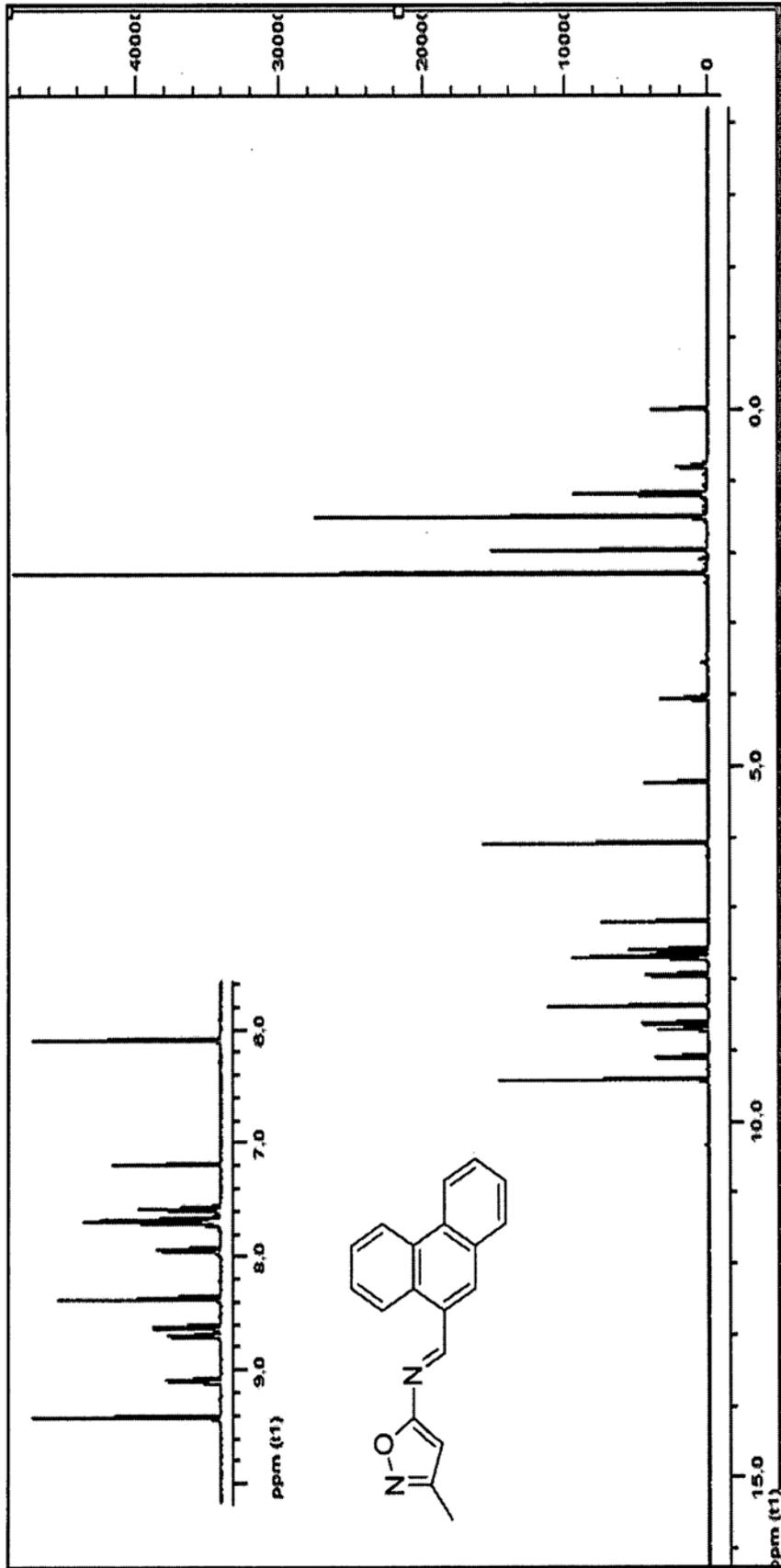
Espectro FTIR (ATR)

Figura 12



Espectro RMN ¹H

Figura 13



Espectro RMN ¹H

Figura 14

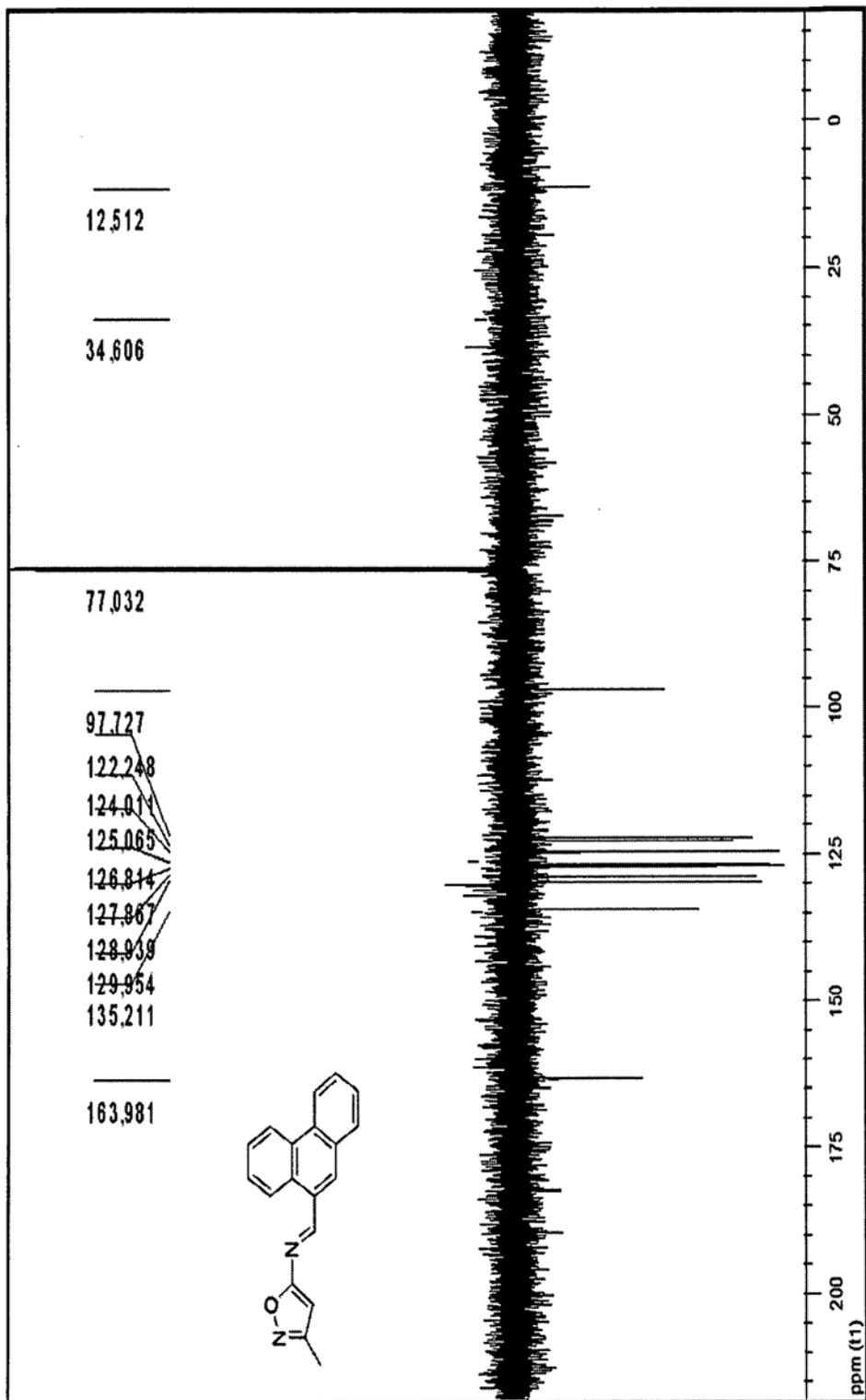
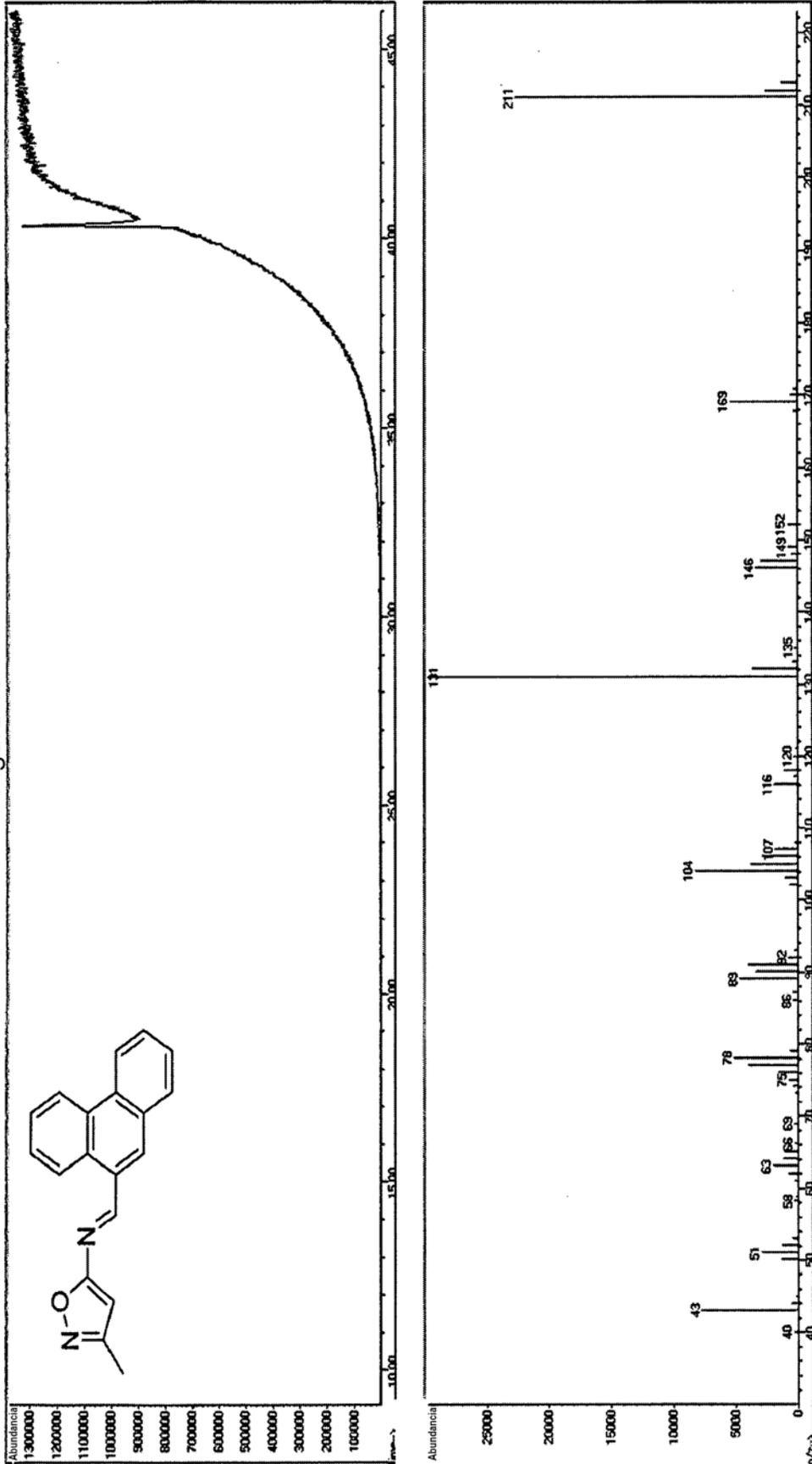
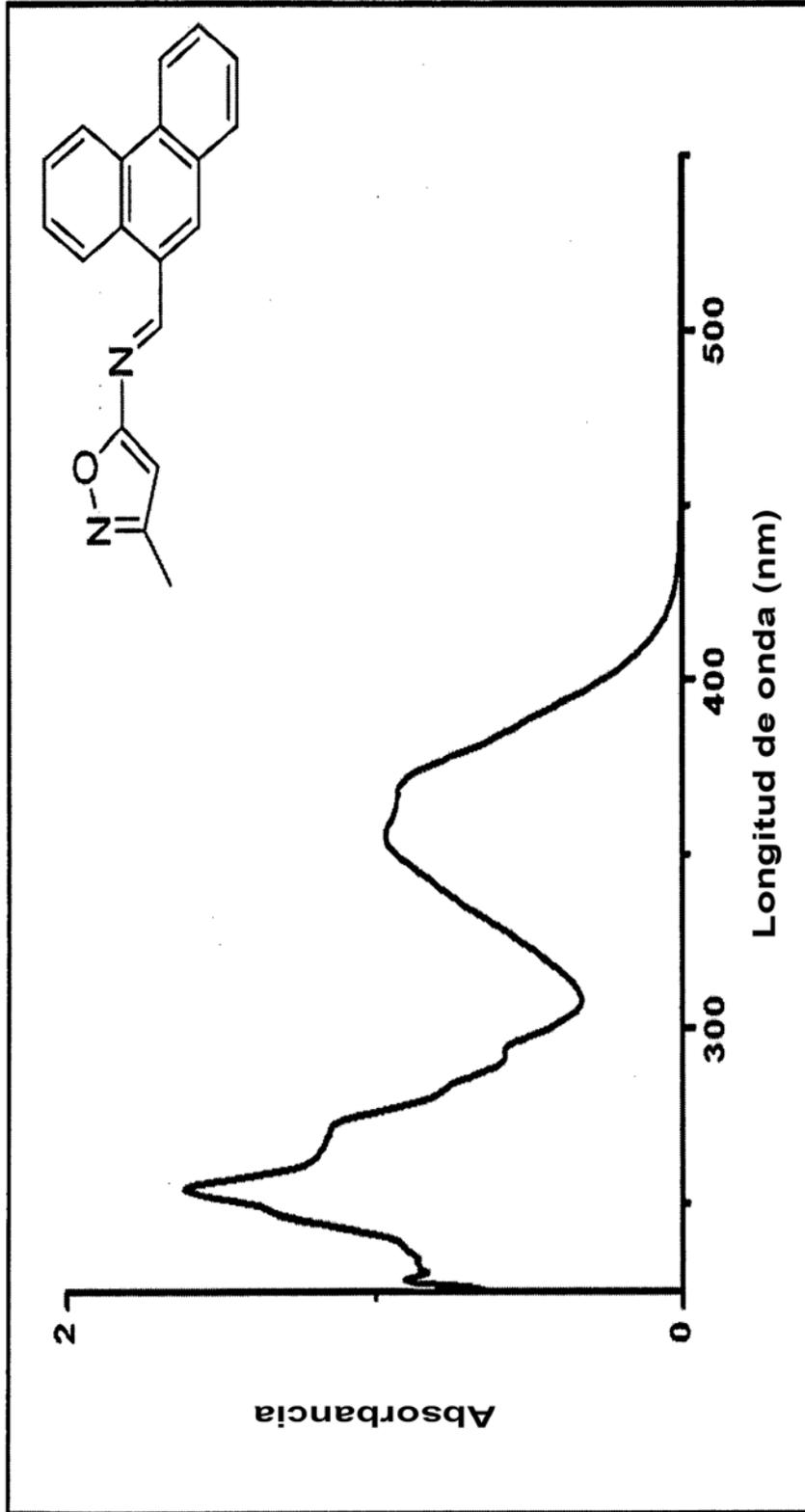


Figura 15

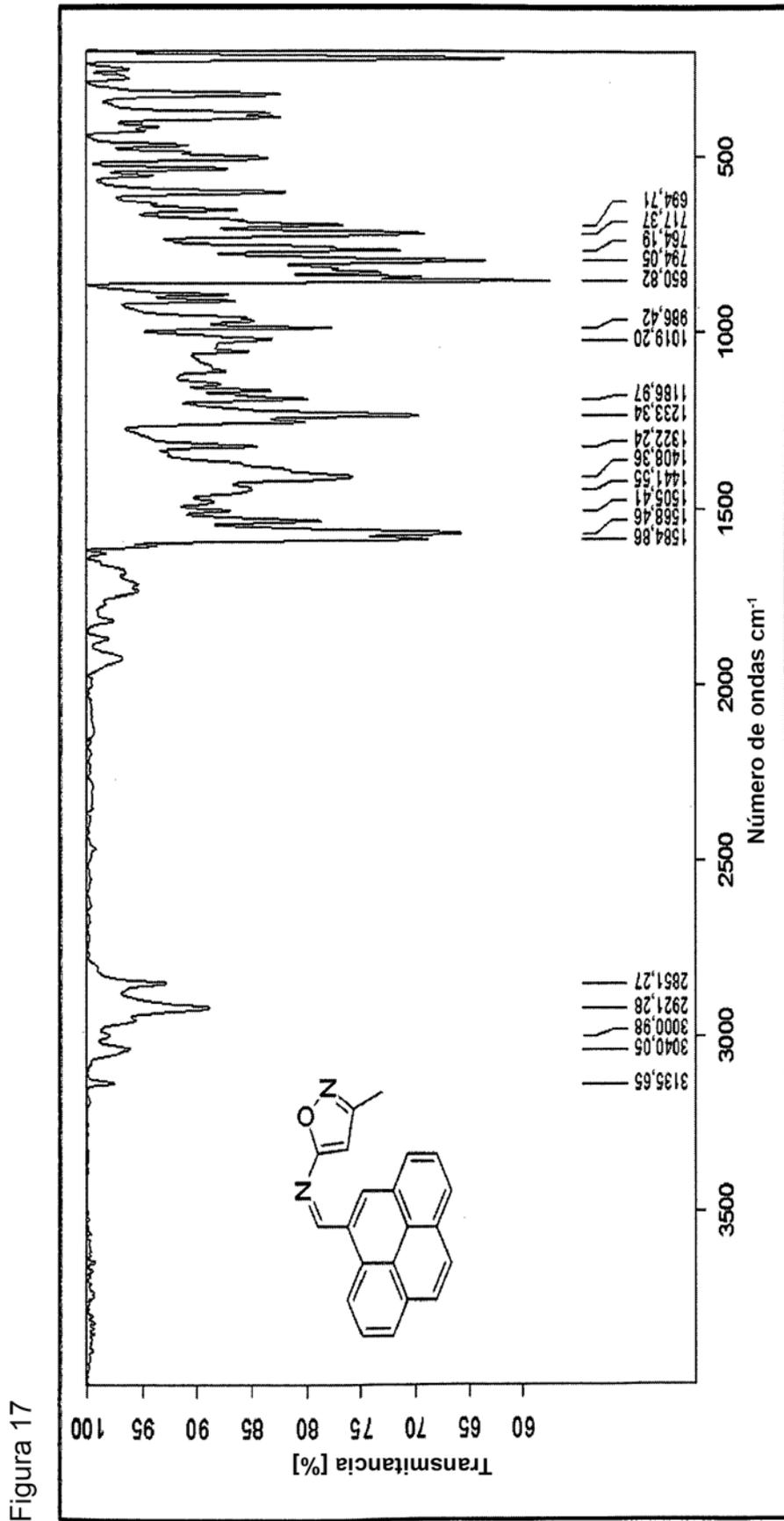


Espectro GC-MS

Figura 16

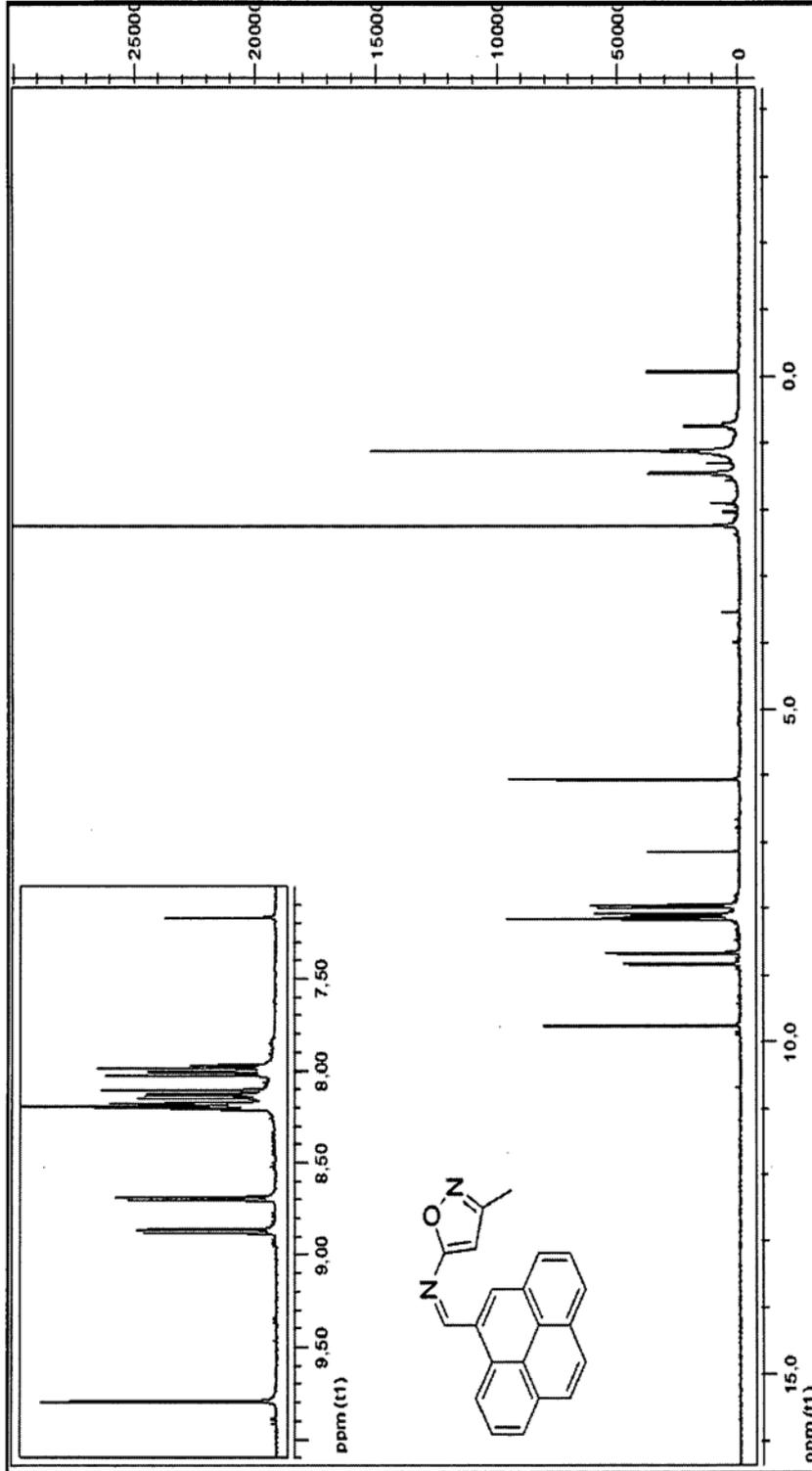


Espectro UV



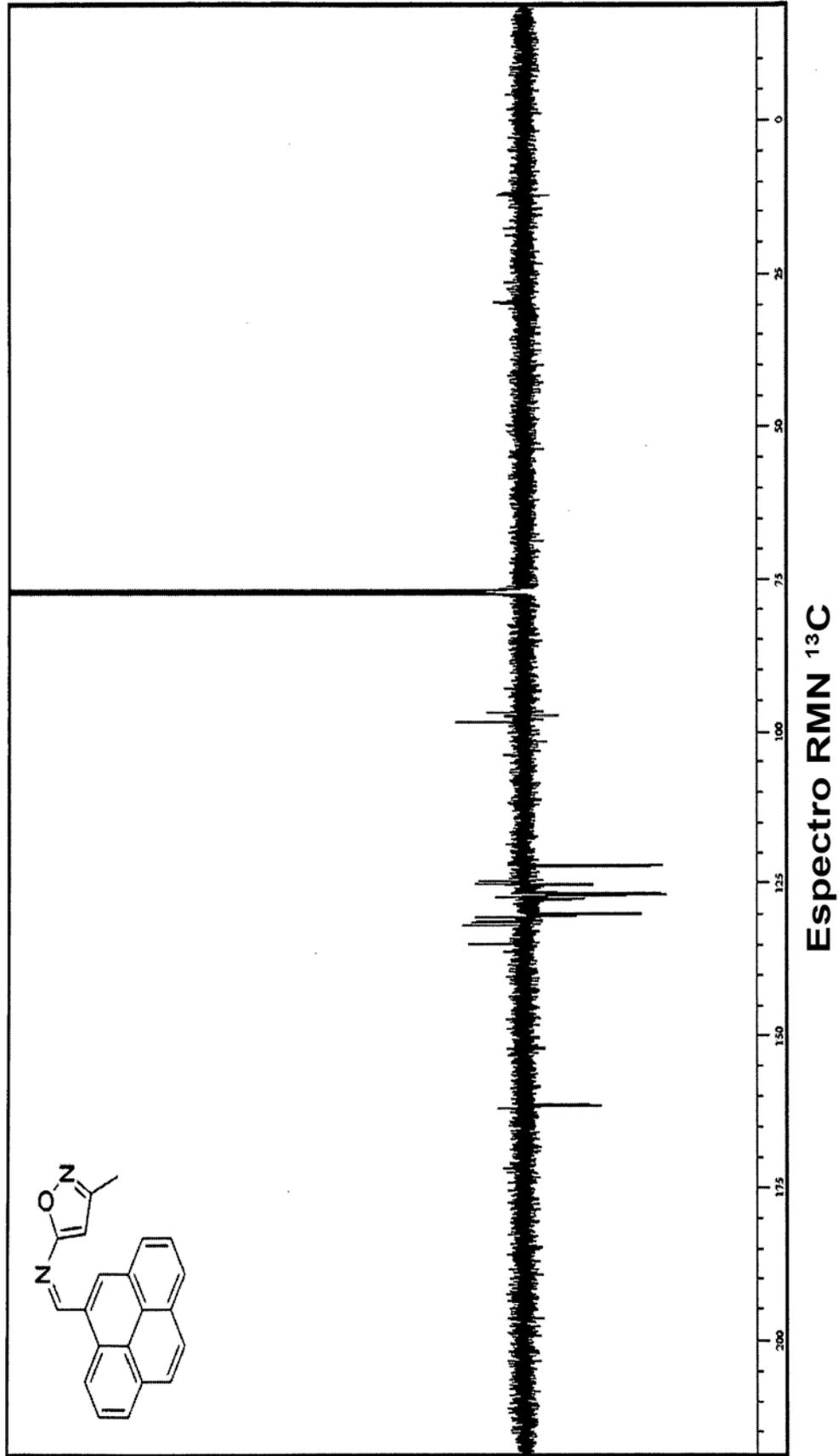
Espectro FTIR (ATR)

Figura 18



Espectro RMN ¹H

Figura 19



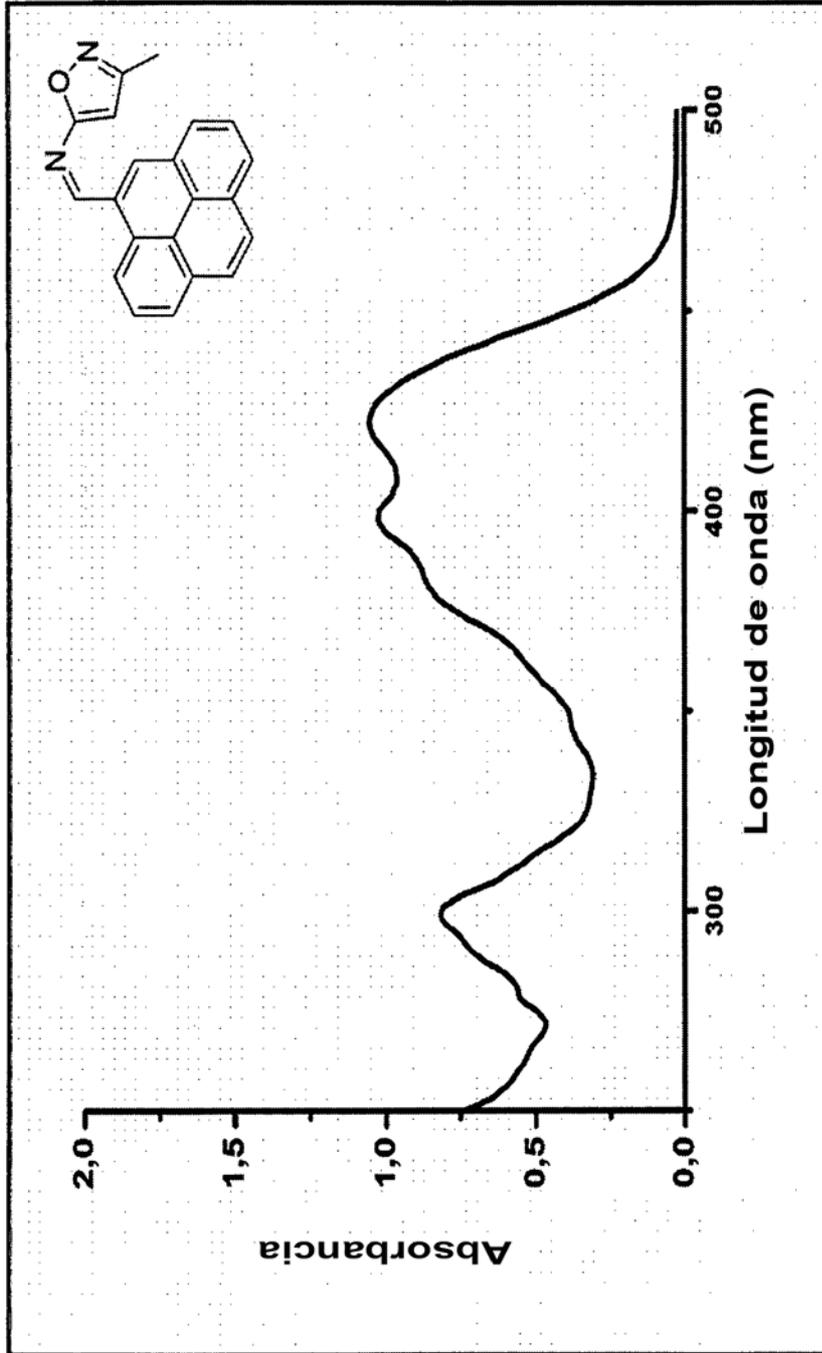


Figura 20

Espectro UV

Figura 21

<u>Número de muestra</u>	<u>TRANSMITANCIA UVA (315-400 nm) (%)</u>	<u>TRANSMITANCIA UVB (280-315 nm) (%)</u>	<u>FACTOR DE PROTECCIÓN ULTRAVIOLETA (FPU)</u>	<u>PROTECCIÓN CONTRA LA RADIACIÓN UVA (%)</u>	<u>PROTECCIÓN CONTRA LA RADIACIÓN UVB (%)</u>
1	6,1	2,3	28,6	93,9	97,7
2	5,2	1,6	39,7	94,8	98,4
3	4,9	1,8	36,4	95,1	98,2
4	6,7	2,5	27,3	93,3	97,5
5	4,8	1,8	38,2	95,2	98,2
6	6,2	2,1	30,0	93,8	97,9
MEDIA	5,65	2,02	33,37	94,35	97,98
DESVIACIÓN TÍPICA	0,79	0,34	5,36	0,79	0,34

CALIFICACIÓN de VALOR DE PROTECCIÓN ULTRAVIOLETA (según ASTM D 6603-Muestra no preparada): 27

Clasificación de la protección

Categoría de buena protección contra la radiación UV: valor de FPU entre 15 y 24

Categoría de muy buena protección contra la radiación UV: valor de FPU entre 25 y 39

Categoría de excelente protección contra la radiación UV: hasta un valor de FPU de 40 o mayor

Figura 22

<u>Número de muestra</u>	<u>TRANSMITANCIA UVA (315-400 nm) (%)</u>	<u>TRANSMITANCIA UVB (280-315 nm) (%)</u>	<u>FACTOR DE PROTECCIÓN ULTRAVIOLETA (FPU)</u>	<u>PROTECCIÓN CONTRA LA RADIACIÓN UVA (%)</u>	<u>PROTECCIÓN CONTRA LA RADIACIÓN UVB (%)</u>
1	0,1	0	1504,7	99,9	100,0
2	0,1	0,1	1310,7	99,9	99,9
3	0,5	0	1655,5	99,5	100,0
4	0,7	0	1617,9	99,3	100,0
5	0,2	0,1	2383,4	99,8	99,9
6	0	0,1	1783,0	100,0	99,9
MEDIA	0,27	0,05	1709,2	99,73	99,5
DESVIACIÓN TÍPICA	0,27	0,05	366,56	0,27	0,05

CALIFICACIÓN de VALOR DE PROTECCIÓN ULTRAVIOLETA (según ASTM D 6603-Muestra no preparada): 1324
 Clasificación de la protección: Categoría de excelente protección contra la radiación UV: hasta un valor de FPU de 40 o mayor

Clasificación de la protección

Categoría de buena protección contra la radiación UV: valor de FPU entre 15 y 24

Categoría de muy buena protección contra la radiación UV: valor de FPU entre 25 y 39

Categoría de excelente protección contra la radiación UV: hasta un valor de FPU de 40 o mayor.

Figura 23

DRY

Número de muestra	TRANSMITANCIA UVA (315-400 nm) (%)	TRANSMITANCIA UVB (280-315 nm) (%)	FACTOR DE PROTECCIÓN ULTRAVIOLETA (FPU)	PROTECCIÓN CONTRA LA RADIACIÓN UVA (%)	PROTECCIÓN CONTRA LA RADIACIÓN UVB (%)
1	2,8	0,1	196,8	97,2	99,9
2	3,4	0,1	254,3	96,6	99,9
3	2,8	0,2	195,9	97,2	99,8
4	2,3	0,2	232,7	97,7	99,8
5	2,5	0,1	228,7	97,5	99,9
6	2,5	0,2	232,7	97,5	99,8
MEDIA:	2,72	0,15	223,52	97,28	99,85
DESVIACIÓN TÍPICA:	0,39	0,05	22,89	0,39	0,05
* CALIFICACIÓN de VALOR DE PROTECCIÓN ULTRAVIOLETA			+40		

Clasificación de la protección

Categoría de buena protección contra la radiación UV: valor de FPU entre 15 y 24

Categoría de muy buena protección contra la radiación UV: valor de FPU entre 25 y 39

Categoría de excelente protección contra la radiación UV: hasta un valor de FPU de 40 o mayor

Figura 24

<u>Número de muestra</u>	<u>TRANSMITANCIA UVA (315-400 nm) (%)</u>	<u>TRANSMITANCIA UVB (280-315 nm) (%)</u>	<u>FACTOR DE PROTECCIÓN ULTRAVIOLETA (FPU)</u>	<u>PROTECCIÓN CONTRA LA RADIACIÓN UVA (%)</u>	<u>PROTECCIÓN CONTRA LA RADIACIÓN UVB (%)</u>
1.	2,9	0,1	231,6	97,1	99,9
2.	3,4	0,1	278,3	96,6	99,9
3.	2,8	0,1	359,1	97,2	99,9
4.	2,8	0	310,3	97,2	100,0
5.	2,8	0	321,0	97,2	100,0
6.	2,9	0	345,3	97,1	100,0
Media:	2,93	0,05	307,6	97,07	99,95
Desviación típica:	0,23	0,05	46,68	0,23	0,05

FPU= 50+(258)

Clasificación de la protección

Categoría de buena protección contra la radiación UV: valor de FPU entre 15 y 24

Categoría de muy buena protección contra la radiación UV: valor de FPU entre 25 y 39

Categoría de excelente protección contra la radiación UV: hasta un valor de FPU de 40 o mayor

Figura 25

<u>Número de muestra</u>	<u>TRANSMITANCIA UVA (315-400 nm) (%)</u>	<u>TRANSMITANCIA UVB (280-315 nm) (%)</u>	<u>FACTOR DE PROTECCIÓN ULTRAVIOLETA (FPU)</u>	<u>PROTECCIÓN CONTRA LA RADIACIÓN UVA (%)</u>	<u>PROTECCIÓN CONTRA LA RADIACIÓN UVB (%)</u>
1.	0,1	0,1	432,5	99,9	99,9
2.	0,2	0,2	284,4	99,8	99,8
3.	0,3	0,1	739,2	99,7	99,9
4.	0,6	0,2	229,4	99,4	99,8
5.	0,3	0,1	619,4	99,7	99,9
6.	0,1	0,1	886,2	99,9	99,9
Media:	0,27	0,13	531,89	99,73	99,87
Desviación típica:	0,19	0,05	260,31	0,19	0,05

FPU= 50+(258)

Clasificación de la protección

Categoría de buena protección contra la radiación UV: valor de FPU entre 15 y 24

Categoría de muy buena protección contra la radiación UV: valor de FPU entre 25 y 39

Categoría de excelente protección contra la radiación UV: hasta un valor de FPU de 40 o mayor