

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 393 252**

51 Int. Cl.:  
**A01N 25/12** (2006.01)  
**A01N 59/16** (2006.01)  
**A01N 25/34** (2006.01)  
**C02F 1/50** (2006.01)  
**C02F 1/68** (2006.01)  
**A01N 25/10** (2006.01)  
**A01P 1/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **10732361 .0**  
 96 Fecha de presentación: **13.07.2010**  
 97 Número de publicación de la solicitud: **2461676**  
 97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.06.2012**

54 Título: **Material antimicrobiano para la esterilización de agua que comprende un vehículo poliamídico y nanopartículas de plata elemental**

30 Prioridad:  
**03.08.2009 EP 09167095**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**19.12.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**19.12.2012**

73 Titular/es:  
**DSM IP ASSETS B.V. (100.0%)**  
**Het Overloon 1**  
**6411 TE Heerlen, NL**

72 Inventor/es:  
**LOONTJENS, JACOBUS y**  
**VRINZEN, ALEXANDER, PETER, MARIE**

74 Agente/Representante:  
**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 393 252 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

Material antimicrobiano para la esterilización de agua que comprende un vehículo poliamídico y nanopartículas de plata elemental.

5 La presente invención se refiere a un material antimicrobiano que consiste en partículas que comprenden un agente antimicrobiano y un vehículo, y más particularmente a un material antimicrobiano que se puede usar para esterilizar agua inhibiendo el crecimiento de microorganismos en ella. La invención se refiere además a un artículo que comprende el material antimicrobiano, y a un dispositivo que comprende el material antimicrobiano o el artículo. La invención también se refiere a un procedimiento para preparar el material antimicrobiano y a los usos de: a) el material antimicrobiano, b) el artículo, y c) el dispositivo, en sistemas/aparatos para el tratamiento de agua, filtros de agua, piscinas, bañeras de hidromasaje, recipientes para el suministro de agua, almacenamiento de agua, y para el tratamiento de agua potable.

15 Actualmente, alrededor de mil millones de personas en el planeta no tienen acceso a agua potable limpia. Aunque el 70% de nuestro planeta es agua, sólo 2,5% de este agua está disponible para ser bebida. El resto es agua salada, no adecuada para beberla. El agua insegura y la falta de saneamiento básico provoca el 80% de todos los trastornos y enfermedades, y matan a más personas cada año que todas las formas de violencia, incluyendo la guerra. Muchas personas en el mundo en desarrollo, especialmente mujeres y niños, caminan más de 3 horas al día para ir a buscar agua que probablemente les hará enfermar. Esas horas gastadas diariamente son cruciales, ya que impiden que las personas vayan al colegio o a trabajar. Los niños son especialmente vulnerables a las consecuencias del agua insegura. Cada semana se producen alrededor de 40.000 muertes de niños debido a agua insegura y a la falta de higiene básica. El 90% de estas muertes implican a niños con una edad por debajo de los 5 años. Se espera que el problema crezca, dado el crecimiento rápido anticipado de la población humana en los años venideros. Por lo tanto, existe un deseo de soluciones que pudiesen permitir que grandes poblaciones humanas a lo largo del planeta tuviesen acceso fácil a agua potable, lo que a su vez limitaría significativamente la propagación de enfermedades y mejoraría la calidad de vida de estas personas.

25 La esterilización del agua (la inhibición de la propagación de microorganismos que residen en el agua) de agua de otro modo insegura para beber es la clave para proporcionar una solución a este problema. Las técnicas conocidas de esterilización de agua son: a) hervir el agua, b) el uso de pastillas de cloro y de plata, c) el uso de yodo, d) la filtración, y e) la combinación de filtración y el uso de halógenos. Desafortunadamente, ninguno de estos métodos de esterilización del agua proporciona una combinación de parámetros clave tales como eficiencia antimicrobiana elevada, bajo coste y fácil mantenimiento, carencia de riesgos sanitarios para seres humanos asociados al agente antimicrobiano particular (por ejemplo, el yodo no está recomendado para personas que sufren de tiroide, mujeres embarazadas y niños), escalabilidad tanto a pequeña escala como a gran escala que permitiría su implementación en proyectos tanto de pequeña escala (domésticos) como de gran escala (aldeas, pueblos, etc.) para la esterilización de agua.

35 Por agente antimicrobiano se quiere decir -también en el contexto de la presente invención- un fármaco, especie química, producto químico, u otra sustancia que extermina o ralentiza el crecimiento de microbios. Entre los agentes antimicrobianos se encuentran los fármacos antibacterianos, agentes antivirales, agentes antifúngicos, y fármacos antiparasitarios. Desde hace mucho se conoce a la plata como agente antimicrobiano. La eficacia antibacteriana de la plata depende de la naturaleza y concentración de la especie activa, del tipo de bacteria, del área superficial de la especie activa, de la concentración bacteriana, de la concentración y/o área superficial de la especie que podría consumir la especie activa y reducir su actividad, de los mecanismos de desactivación, etc.

45 El documento US 5011602 describe un material antimicrobiano adecuado para esterilizar agua (inhibir la propagación de microorganismos en ella). El material antimicrobiano descrito en el documento US 5011602 comprende un vehículo (aluminosilicato amorfo, arcilla activada, aluminosilicato cristalino sintético o natural, gel de sílice, alúmina, sepiolita, material arcilloso), que contiene un agente antimicrobiano (iones y compuestos de metales tales como plata, cobre, zinc, mercurio, plomo, estaño, etc.), y un tejido poroso que rodea al vehículo, permitiendo que el agua y los microorganismos pasen a su través. Dicho tejido se emplea para separar por filtración los contaminantes que pueden provocar la formación de cieno, que es indeseable por razones explicadas aquí anteriormente.

50 Aunque el documento US 5011602 proporciona una solución que evita la fuga del material antimicrobiano fuera del tejido, no obstante es necesario poner atención especial a fin de preparar un tejido que debería tener una resistencia mecánica suficiente para soportar el peso del material antimicrobiano. Además, el tejido también debería tener el tamaño correcto de poros a fin de equilibrar: a) el flujo libre de agua y microorganismos hacia fuera y hacia dentro del material antimicrobiano, y b) la obturación de los poros del tejido con los contaminantes en el agua y el cieno a lo largo del tiempo. El ajuste fino de las propiedades físicas, químicas y mecánicas del material se hace incluso más difícil si se considera que los contaminantes del agua no son de la misma naturaleza, ni tienen la misma concentración en el agua en el mundo. Además, puesto que los poros del tejido se obturarán eventualmente por contaminantes del agua y cieno, el material antimicrobiano del documento US 5011602 necesita ser sustituido por uno nuevo. Además, en el caso en el que el vehículo (que contiene el agente antimicrobiano) del documento US 5011602 escape del tejido debido a, por ejemplo, mal uso/uso torpe del tejido/material antimicrobiano, o fallo

5 estructural en el tejido, desgarramiento accidental del tejido, entonces el vehículo se dispersará en el agua, planteando riesgos sanitarios adicionales para seres humanos que eventualmente estarán bebiendo agua supuestamente libre de microorganismos pero con material vehículo disperso. También es difícil imaginar que tal solución sea eficaz desde el punto de vista del coste y se pueda escalar fácilmente, por ejemplo, para grandes recipientes o depósitos de agua que son tan vitales a la hora de proporcionar grandes cantidades de agua a poblaciones humanas.

10 Sería ventajoso proporcionar una solución para esterilizar reservas de agua en depósitos domésticos y/o comunitarios que fuese robusta, eficaz desde el punto de vista del coste, fácil de aumentar de escala y mantener, que presente actividad microbiana mejorada, que incorpore una monitorización fácil de la eficacia antimicrobiana, y no plantee riesgos sanitarios para seres humanos.

El objeto de la presente invención es resolver algunos o todos los problemas o desventajas, tales como se identifican aquí con el documento US 5011602.

Por lo tanto, de forma amplia según la invención, se proporciona: un material antimicrobiano que consiste en partículas que comprenden un agente antimicrobiano (A) y un vehículo (B), en el que:

- 15 a. el material antimicrobiano es un material granular;
- b. al menos 90% p/p de las partículas tienen un tamaño de partículas en el intervalo de 1,0 mm hasta e incluyendo 8,0 mm, medidas según el método DIN 66165-1/-2;
- c. al menos 90% p/p de las partículas tienen una relación de aspecto R igual o menor que 8;
- 20 d. el agente antimicrobiano (A) comprende nanopartículas de plata elemental, nanopartículas de plata elemental las cuales se mezclan en el vehículo (B);
- e. el agente antimicrobiano (A) está presente en una cantidad en el intervalo de 0,001% p/p hasta e incluyendo 2% p/p en el material antimicrobiano;
- f. el vehículo (B) comprende una poliamida;
- 25 g. el vehículo (B) está presente en una cantidad en el intervalo de 98% p/p hasta e incluyendo 99,999% p/p en el material antimicrobiano.

El efecto de la presente invención es que proporciona un material antimicrobiano que muestra al menos una, más preferiblemente al menos dos, incluso más preferiblemente al menos tres, lo más preferible al menos cuatro o cinco de las siguientes ventajas:

- i) es robusto;
- 30 ii) es fácil de limpiar de depósitos indeseados;
- iii) tiene actividad antimicrobiana mejorada;
- iv) es fácil de aumentar de escala y de mantener;
- v) es sencillo monitorizar su actividad antimicrobiana a lo largo del tiempo;
- vi) no plantea riesgos para la salud.

35 Con "robusto" se quiere decir que el material antimicrobiano mantiene la integridad estructural durante su uso.

Con "fácil de limpiar de depósitos indeseados" se quiere decir que el material antimicrobiano presenta, con la ayuda de agitación suave, por ejemplo 10 rpm, propiedades de limpieza fácil y/o autolimpieza, puesto que los depósitos indeseados tales como algas no se pueden fijar en absoluto sobre su superficie, o se pueden eliminar fácilmente una vez se fijan sobre su superficie.

40 Con "actividad antimicrobiana mejorada" se quiere decir que el material antimicrobiano presenta actividad antimicrobiana durante un período de tiempo más prolongado.

Con "fácil de aumentar de escala y mantener" se quiere decir que el material antimicrobiano se puede usar en aplicaciones domésticas o de grandes comunidades sin modificaciones particulares de su fabricación, y que no es necesario ningún personal técnico especializado para su mantenimiento.

45 Con "fácil de monitorizar su potencial antimicrobiano a lo largo del tiempo" se quiere decir que el material antimicrobiano proporciona una decoloración visual directamente relacionada con cambios de su actividad antimicrobiana.

5 Con “no presenta riesgos para la salud” se quiere decir que la concentración de plata que se libera por el material antimicrobiano en el agua es baja, aunque el material antimicrobiano todavía es activo. Según la Organización Mundial de la Salud (OMS) y la conclusión del informe sobre “Silver in Drinking Water” [originalmente publicado en Guidelines for drinking-water quality, segunda edición, Vol. 2, Health criteria and other supporting information (OMS, Ginebra 1996)], cuando se usan sales de plata para mantener la calidad bacteriológica del agua potable, se podría tolerar una concentración de plata de hasta 0,1 mg/litro sin riesgo para la salud.

El documento US 5011602 no dice nada sobre un material antimicrobiano y sus efectos ventajosos según la presente invención.

10 En la presente invención, un material antimicrobiano es un material que comprende un agente antimicrobiano y, cuando el material antimicrobiano está en contacto con a) microorganismos y b) agua y/u oxígeno, los hará inactivos exterminándolos y/o inhibiendo su propagación. Si el material antimicrobiano no se expone a microorganismos y/o agua y/u oxígeno, o a ninguno de los anteriores, todavía se denominará como material antimicrobiano en el contexto de esta invención, aunque obviamente su efecto antimicrobiano no se mostrará. Si el material antimicrobiano no se expone a microorganismos y/o agua y/u oxígeno, o a ninguno de los anteriores, todavía podría ser capaz de mostrar actividad antimicrobiana y ser adecuado para aplicaciones antimicrobianas.

15 Una partícula se define como un pequeño objeto que: a) tiene dimensiones como se describen aquí más adelante, y b) se comporta como una unidad completa en términos de su transporte y propiedades. En el contexto de la presente invención, los términos gránulo, partícula y grano se usarán de forma intercambiable.

20 Un material granular es una conglomeración de partículas macroscópicas sólidas discretas caracterizadas por una pérdida de energía siempre que las partículas interactúen (el ejemplo más habitual sería la fricción cuando chocan los granos). Los constituyentes que componen el material granular deben ser suficientemente grandes de manera que no estén sujetos a fluctuaciones de movimiento térmico. De este modo, el límite inferior de tamaño para los granos en el material granular es alrededor de 1  $\mu\text{m}$ . En el contexto de la presente invención, el material granular se refiere a un material que comprende gránulos con un tamaño de partículas en el intervalo de 1 y hasta e incluyendo 8 mm, según se mide de acuerdo con el método descrito en lo sucesivo.

25 Las partículas se pueden clasificar de diferentes maneras, por ejemplo en relación con su tamaño de partículas y sus intervalos. A los intervalos de tamaños de partículas que definen límites de clases de partículas se les ha dado nombres, por ejemplo en la escala de Wentworth (o Udden-Wentworth) usada en los Estados Unidos de América, y se han dado a conocer en “A scale of grade and class terms for clastic sediments”, J. Geology 30:377-392 (1922) de C.K. Wentworth. La escala de Wentworth se describe en forma de resumen en la Tabla 1.

30 Tabla 1. Clasificación de las partículas según la escala de Wentworth (en negrita, las clases de partículas a las que se refiere la presente invención).

Intervalo de tamaños de partículas	Clase de partículas (Wentworth)
> 256 mm	Piedra grande
64-256 mm	Guijarro
32-64 mm	Grava muy gruesa
16-32 mm	Grava gruesa
8-16 mm	Grava media
4-8 mm	Grava fina
2-4 mm	Grava muy fina
1-2 mm	Arena muy gruesa
0,5-1 mm	Arena gruesa
0,25-0,5 mm	Arena media
125-250 $\mu\text{m}$	Arena fina
62,5-125 $\mu\text{m}$	Arena muy fina
3,9-62,5 $\mu\text{m}$	Limo

Intervalo de tamaños de partículas	Clase de partículas (Wentworth)
< 3,9 $\mu\text{m}$	Arcilla
< 1 $\mu\text{m}$	Coloide

Según la escala de Wentworth, la presente invención se refiere a materiales granulares que pertenecen a las siguientes clasificaciones de clases de partículas: arena muy gruesa y/o grava muy fina y/o grava fina y/o sus mezclas. Preferiblemente, las partículas de esta invención no se clasifican como piedras grandes, guijarros, gravas muy gruesas, gravas gruesas, gravas medias, arena gruesa, arena media, arena fina, arena muy fina, limo, arcillas, coloides. Será manifiesto que el material granular según la presente invención no es arena o similar, sino que se basa en polímeros.

Los materiales granulares son comercialmente importantes en aplicaciones tan diversas como la industria farmacéutica, la agricultura, y la producción de energía. Algunos ejemplos de materiales granulares son nueces, carbón, arena, arroz, café, copos de maíz, fertilizante, y cojinetes de bolas.

En la práctica, los materiales granulares reales están siempre polidispersos, lo que significa que las partículas en un conjunto tienen tamaños diferentes. La noción de distribución de tamaños de partículas refleja esta polidispersidad. A menudo es necesario cierto tamaño medio de partículas para el conjunto de las partículas. Hay varias formas diferentes de definir tal tamaño medio de las partículas.

La distribución de tamaños de partículas (PSD) -también conocida como distribución de tamaños de grano- de un material granular es una lista de valores o una función matemática que define las cantidades relativas de partículas presentes, clasificadas según el tamaño. Las expresiones "tamaño de partículas" y "distribución de tamaños de partículas" se usarán de forma intercambiable en el contexto de la presente invención cuando se usen en relación con el material granular. Sin embargo, como será manifiesto, si la expresión "tamaño de partículas" se usa en relación con partículas individuales, ésta no pretende tener el significado de una "distribución de tamaños de partículas", sino sólo el tamaño de la propia partícula.

La PSD de un material puede ser importante para sus propiedades físicas, químicas y mecánicas. Por ejemplo, puede afectar a las propiedades de resistencia y para soportar carga de un material granular, la reactividad de los sólidos que participan en reacciones químicas, y necesita ser bien controlada. La manera en la que el tamaño de partículas y/o PSD es expresado se define habitualmente por el método mediante el cual se determina. Hay varios métodos para medir el tamaño de partículas y la distribución de tamaños de partículas. Algunos de ellos se basan en la luz, otros en ultrasonidos, o en el campo eléctrico o en la gravedad o en la centrifugación.

El método usado para medir el tamaño de partículas del material granular según la presente invención es el análisis de tamices. El análisis de tamices se llevó a cabo según el método como se describe en DIN 66165-1-2. Según el mismo, el material granular se separa en tamices de diferentes tamaños. De este modo, la PSD se define en términos de intervalos de tamaños discretos: por ejemplo "% de material granular de muestra tiene tamaño de partículas en el intervalo de 1,4 mm a 1,6 mm", cuando se usan tamices de estos tamaños.

El tamaño de partículas del material granular de la invención se mide mediante DIN 66165-1/-2. Preferiblemente, el 90% del material granular está en el intervalo de 1,0 mm hasta e incluyendo 8,0 mm, más preferiblemente el 95% del material granular está en el intervalo de 1,0 mm hasta e incluyendo 8,0 mm, incluso más preferiblemente el 97% del material granular está en el intervalo de 1,0 mm hasta e incluyendo 8,0 mm, incluso más preferiblemente el 98% del material granular está en el intervalo de 1,0 mm hasta e incluyendo 8,0 mm, incluso más preferiblemente el 99% del material granular está en el intervalo de 1,0 mm hasta e incluyendo 8,0 mm, incluso más preferiblemente el 100% del material granular está en el intervalo de 1,0 mm hasta e incluyendo 8,0 mm,

Se ha de señalar que para todos los límites superiores e inferiores de cualesquiera parámetros dados aquí en intervalos, el valor límite está incluido en cada intervalo para cada parámetro. Para definir los intervalos de parámetros para diversas realizaciones y preferencias de la invención, se pueden usar todas las combinaciones de valores mínimos y máximos de los parámetros descritos aquí.

Excepto que el contexto indique claramente lo contrario, las formas en plural de los términos como se usan aquí, por ejemplo material, partícula, gránulo, tamaño de partículas, poliamida, nanopartículas, catión, etc., se han de interpretar que incluyen la forma singular, y viceversa.

Las partículas del material granular pueden presentarse en diversas formas, por ejemplo esferas, conos, cilindros (en la presente invención, los términos varilla o similar a varilla, cuando se usan para formas de partículas, se usarán de forma intercambiable con el término cilindro), similar a arroz, octaédrica, cúbica, tubular o irregular, etc. En el contexto de la presente invención, la forma de un objeto se define por la relación de aspecto R de la forma. La

relación de aspecto se define como la relación de su dimensión más larga (L) a su dimensión más corta (S).

$$R = L/S \text{ (ecuación 1)}$$

La relación de aspecto R se aplica a dos dimensiones características de una forma tridimensional o bidimensional, tal como la relación de las dimensiones más largas a sus dimensiones más cortas que se pueden medir mediante microscopía óptica.

Preferiblemente, la R es igual o menor que 8, más preferiblemente R es igual o menor que 6, incluso más preferiblemente R es igual o menor que 5, lo más preferible R es igual o menor que 4. De forma implícita, R es igual o mayor que 1. Preferiblemente, R está en el intervalo de 1 hasta e incluyendo 5, más preferiblemente R está en el intervalo de 1 hasta e incluyendo 4, incluso más preferiblemente R está en el intervalo de 1 hasta e incluyendo 3, lo más preferible está en el intervalo de 1 hasta e incluyendo 2.

En una realización, los gránulos del material antimicrobiano son de forma esférica y/o cilíndrica (término alternativo para cilíndrico es similar a una varilla) y/o similar a arroz, y/o elipsoidal.

En otra realización de la presente invención, al menos 90% p/p de las partículas tienen un ángulo de fricción bajo el agua (ángulo de fricción medido bajo el agua) igual o menor que 30°, medido según el método UAF/OCA30 como se describe aquí [véanse Ejemplos, página 24, línea 32, "Método UAF/OCA30: Método para medir el ángulo de fricción bajo el agua (UAF)].

El ángulo de fricción bajo el agua (UAF) de la partícula de la presente invención es la media aritmética de  $n$  medidas del ángulo desde la horizontal en el que la partícula comenzará a deslizarse cuando se coloca sobre una superficie de poliestireno redonda con un diámetro de 5,0 cm, estando tanto la partícula como la superficie sumergidas en agua y sometiéndose a ambas a una presión de agua igual a la presión generada por una columna cilíndrica de 25 ml de agua con un diámetro de 5,0 cm. El UAF se mide bajo el agua. Para medir el UAF, se usa un medidor de ángulo de contacto semiautomático a base de vídeo, el OCA 30 de DataPhysics Instruments GmbH. El aparato anterior se usa típicamente para la medición semiautomática del comportamiento humectante de sólidos, así como para ensayos en serie y análisis sistemáticos. En el contexto de la presente invención, este dispositivo se usó para medir exactamente el ángulo de fricción bajo el agua de los gránulos del material granular de la presente invención proporcionados en una variedad de formas y de tamaños de partículas.

Un recipiente cilíndrico de poliestireno, con un diámetro de 5,0 cm y una altura de al menos 3,0 cm, se puede cargar con 25 ml (mililitros) de agua. Una partícula de muestra se puede sumergir en el agua y se puede dejar que se hunda en la periferia de la parte inferior del recipiente, de manera que al mismo tiempo tocaría la pared del recipiente. El recipiente se puede fijar entonces de forma apropiada en la etapa de medida del OCA30. La etapa de medida es ajustable de forma motorizada y controlada por software en el eje Y y Z, y ajustable para la colocación exacta de la muestra. Después, la etapa de medida se ajusta para comenzar la inclinación. La velocidad de la inclinación de la etapa de medida fue 2,7°/s. La inclinación de la etapa de medida es monitorizada por una cámara de vídeo en línea. El ángulo al que la partícula de muestra comienza a deslizarse desde su posición inicial hacia el lado no inclinado de la etapa de medida se puede registrar mediante el registro de la cámara de vídeo en línea. La medición se repite  $n-1$  más veces ( $n$  representa el número total de mediciones por material granular), cada vez con partículas seleccionadas al azar del material granular. Los ángulos registrados -como se describe anteriormente- se promedian (sumando los valores de los ángulos y dividiendo entre  $n$ ), y el valor medio (promedio) de estas  $n$  mediciones se da como el ángulo de fricción bajo el agua para las partículas individuales. El ángulo de fricción así medido de las partículas del material granular simula mejor el entorno acuoso bajo el cual estas partículas mostrarán el conjunto de sus propiedades únicas. En condiciones de la vida real, la presión de agua a la que puede estar sujeto el material granular puede ser mayor que la usada para medir el ángulo de fricción acuoso bajo el agua. No obstante, dada la robustez de las partículas, una presión de agua mayor que la presión generada por una columna cilíndrica de 25 ml de agua con un diámetro de 5,0 cm podría mejorar sus propiedades de facilidad de limpieza y/o de autolimpieza.

El ángulo de fricción bajo el agua es una medida de la cantidad de fuerza externa bajo cuya aplicación la partícula del material antimicrobiano de la presente invención comenzará a moverse. Un ángulo de fricción bajo el agua bajo (menor) para una partícula de una cierta forma y contorno significa que la partícula comenzará a moverse cuando se someta a una fuerza externa relativa pequeña (más pequeña). Un ángulo de fricción bajo el agua elevado (más alto) para una partícula de cierta forma y contorno significa que la partícula comenzará a moverse cuando se somete a una fuerza externa relativa grande (mayor).

Preferiblemente, el ángulo de fricción bajo el agua es igual o menor que 30°, más preferiblemente el ángulo de fricción bajo el agua es igual o menor que 29°, incluso más preferiblemente el ángulo de fricción bajo el agua es igual o menor que 28°, incluso más preferiblemente el ángulo de fricción bajo el agua es igual o menor que 27°, lo más preferible el ángulo de fricción bajo el agua es igual o menor que 26°. Generalmente, el ángulo de fricción bajo el agua es igual o mayor que 1°, de forma adecuada el ángulo de fricción bajo el agua es igual o mayor que 2°, o igual o mayor que 3°, aunque todavía sigue siendo válido cuando el ángulo de fricción bajo el agua es igual o mayor que 4°, o igual o mayor que 5°.

En otra realización, la presente invención proporciona un material antimicrobiano en el que al menos 90% p/p de las partículas tienen un ángulo de fricción bajo el agua (UAF) igual o menor que 30°. Preferiblemente, al menos 95% p/p de las partículas tienen un ángulo de fricción bajo el agua (UAF) igual o menor que 30°, más preferiblemente al menos 98% p/p de las partículas tienen un ángulo de fricción bajo el agua (UAF) igual o menor que 30°, lo más preferible el 100% p/p de las partículas tienen un ángulo de fricción bajo el agua (UAF) igual o menor que 30°. Aquí, el UAF se midió según el método UAF/OCA30 descrito aquí [véanse los Ejemplos, página 24, línea 32 "Método UAF/OCA30: Método para medir el ángulo de fricción bajo el agua (UAF)"].

En la presente invención, un material antimicrobiano granular se refiere a un material que consiste en gránulos y comprende un agente antimicrobiano. En el contexto de la presente invención, las expresiones "material antimicrobiano granular" y "material antimicrobiano que es granular" se usarán de forma intercambiable.

La facilidad de limpieza y/o la autolimpieza de las partículas se puede lograr, por ejemplo, agitando el artículo/dispositivo que contiene el material antimicrobiano, y/o por otro medio de agitación o vibración que permitiese que las partículas se muevan unas contra otras. Aunque los solicitantes no desean estar atados a ninguna teoría particular, se cree que el movimiento de las partículas da como resultado la eliminación por raspadura de una superficie contra otra, mediante fricción mecánica, de cualesquiera depósitos que puedan restringir de otro modo el potencial antimicrobiano del material antimicrobiano. Cuanto menor es el ángulo de fricción bajo el agua de una partícula, más fácil comenzará a moverse la partícula o una cantidad de las mismas partículas, permitiendo así la fricción mejorada entre ellas y la limpieza subsiguiente de depósitos indeseados sobre sus superficies con una fuerza externa mínima aplicada. De esta manera, las partículas de la presente invención pueden presentar propiedades de limpieza fácil y/o autolimpieza, permitiendo una mejor actividad antimicrobiana.

El agente antimicrobiano (A) está presente en una cantidad en el intervalo de 0,001% p/p hasta e incluyendo 2% p/p en el material antimicrobiano. Más preferiblemente, el agente antimicrobiano está presente en una cantidad en el intervalo de 0,01% p/p hasta e incluyendo 1,5% p/p en el material antimicrobiano, incluso más preferiblemente el agente antimicrobiano está presente en una cantidad en el intervalo de 0,1% p/p hasta e incluyendo 1,0% p/p en el material antimicrobiano.

En la presente invención, el agente antimicrobiano comprende nanopartículas de plata elemental ( $\text{Ag}^0$ ). En el contexto de la presente invención, la expresión nanopartículas de plata elemental se refiere a partículas que comprenden plata elemental ( $\text{Ag}^0$ ) y tienen adecuadamente un tamaño medio de partículas en el intervalo de 1 nm (nanómetro) hasta e incluyendo 100 nm.

Las nanopartículas de plata elemental de la invención comprenden preferiblemente de forma predominante plata ( $\text{Ag}^0$ ), queriendo decir que tienen más de 90% p/p de plata, preferiblemente más de 95% p/p de plata, más preferiblemente más de 98% de plata, incluso más preferiblemente más de 99% p/p de plata, lo más preferible más de 99,4% p/p de plata, incluso lo más preferible tienen 100% p/p de plata. Preferiblemente, las nanopartículas de plata elemental no tienen Al elemental, o Fe o Si, o sus iones correspondientes, o combinaciones de los mismos. Las nanopartículas de plata elemental se obtienen preferiblemente pirolizando un compuesto químico que comprende plata.

En el contexto de la presente invención, por la expresión compuesto químico que comprende plata se quiere decir cualquier compuesto químico que comprende plata como catión, por ejemplo  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Ag}^{+2}$ , etc. El propio compuesto puede tener más de una especie catiónica, aunque al menos una debe ser un catión de plata. Sólo por nombrar unos pocos tipos generales de compuestos químicos que se caracterizan en el compuesto de la presente invención como compuestos químicos que comprenden plata, se citan los óxidos de plata, hidróxidos de plata, sales de plata, complejos de plata, compuestos de inclusión de plata, etc. Preferiblemente, el compuesto químico que comprende plata son sales de plata, tales como, por ejemplo, nitrato de plata, cloruro de plata, acetato de plata, trifluoroacetato de plata, o mezclas de sales de plata. Más preferiblemente, el compuesto químico que comprende plata se selecciona del grupo de compuestos que consiste en nitrato de plata, acetato de plata, trifluoroacetato de plata, y sus mezclas.

Las nanopartículas de plata elemental pueden tener cualquier forma, incluyendo, por ejemplo, esférica, octaédrica, cónica, cúbica, tabular o irregular, etc. Preferiblemente, las nanopartículas de plata elemental no son adsorbidas sobre ni se aglomeran a otra partícula molecular inorgánica o a carbón activado y/o iones de otros iones metálicos/inorgánicos, y no se intercambian con otros iones metálicos/inorgánicos, formando parte estos últimos de una partícula molecular inorgánica o carbón activado.

El tamaño medio de las partículas de las nanopartículas de plata elemental se puede medir mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM). El tamaño medio de las partículas de las nanopartículas de plata elemental (APSN) es el tamaño medio numérico de las partículas definido como:

$$\text{APSN} = (\sum_i N_i D_i) / (\sum_i N_i) \quad (\text{ecuación 2})$$

en la que  $N_i$  es el número de todas las nanopartículas de plata elemental presentes en tres muestras de microtomo (cortes) con dimensiones de 1 mm (longitud) x 1 mm (anchura) y grosor de capa en el intervalo entre 70 y 100 mm, con diámetro  $D_i$ . Los tres cortes de microtomo se realizan en tres partículas seleccionadas al azar del material

granular.

5 En una realización preferida de la presente invención, las nanopartículas de plata elemental tienen un tamaño medio de partículas igual o menor que 100 nm. Preferiblemente, el tamaño medio de las partículas de las nanopartículas de plata elemental es igual o mayor que 1 nm, más preferiblemente es igual o mayor que 5 nm, lo más preferible es igual o mayor que 10 nm. Preferiblemente, el tamaño medio de partículas de las nanopartículas de plata elemental es igual o menor que 100 nm, más preferiblemente es igual o menor que 95 nm, lo más preferible es igual o menor que 90 nm.

10 Las nanopartículas de plata elemental se mezclan en el vehículo (B). Las expresiones “nanopartículas de plata elemental” y “nanopartículas” se usarán de forma intercambiable en el contexto de la presente invención. Las nanopartículas de plata elemental de la presente invención, cuando se mezclan en el vehículo (B), se pueden caracterizar por estar dispersas o asociadas. En la presente invención, las nanopartículas de plata elemental que no tocan o no están conectadas a ninguna otra nanopartícula de plata elemental se denominan como nanopartículas dispersas o no asociadas. En la presente invención, las nanopartículas de plata elemental que tocan o están conectadas a al menos alguna otra nanopartícula de plata elemental se denominan “nanopartículas asociadas”.

15 El % de grado de dispersión (% DOD) y el grado de asociación (% DOA) de las nanopartículas de plata elemental se pueden medir mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM) según las necesidades de la muestra, como se describe aquí anteriormente para la medida del APSN.

La relación entre el % DOD y el % DOA de las nanopartículas de plata elemental en el vehículo (B) es la siguiente:

$$\% \text{ DOD} = 100 - \% \text{ DOA} \quad (\text{ecuación 3})$$

20 El % DOA de las nanopartículas de plata elemental se puede medir mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM) según las necesidades de la muestra, como se describe aquí anteriormente para la medida del APSN. El % DOA se mide como sigue:

$$\% \text{ DOA} = 100 \times (N_{\text{conectadas}}/N_i) \quad (\text{ecuación 4})$$

25 en la que  $N_i$  fue el número de nanopartículas de plata elemental presentes en tres muestras de microtomo (cortes) con dimensiones de 1 mm (longitud) x 1 mm (anchura) y grosor de capa en el intervalo entre 70 y 100 nm, y  $N_{\text{conectadas}}$  representa el número total de nanopartículas de plata elemental distintas que se conectaron a al menos alguna otra nanopartícula de plata elemental. Los tres cortes de microtomo se realizan en tres partículas seleccionadas al azar del material granular.

30 El APSN y el % DOA se pueden medir a partir de las mismas tres muestras de microtomo, o de otras diferentes. Preferiblemente, el APSN y el % DOA se miden a partir de las mismas tres muestras de microtomo.

En una realización preferida de la presente invención, las nanopartículas de plata elemental tienen un % de grado de asociación menor que 50%, más preferiblemente menor que 40%, incluso más preferiblemente menor que 30%, lo más preferible menor que 28%, por ejemplo menor que 25%.

35 En una realización preferida de la presente invención, las nanopartículas de plata elemental tienen un % de grado de dispersión mayor que 50%, más preferiblemente mayor que 60%, incluso más preferiblemente mayor que 70%, lo más preferible mayor que 72%, por ejemplo mayor que 75%.

En todavía otra realización de la presente invención, se proporciona un material antimicrobiano en el que las nanopartículas de plata elemental tienen un tamaño medio de partículas igual o menor que 100 nm y un % de grado de asociación menor que 50%.

40 Por vehículo (B) se quiere decir una composición polimérica en la que está dispersa el agente antimicrobiano (nanopartículas de plata elemental). Preferiblemente, el vehículo (B) no porta las nanopartículas de plata elemental de la presente invención a través de adsorción, unión o intercambio iónico.

45 En el contexto de la presente invención el vehículo (B) puede comprender más de un polímero, es decir, una poliamida y uno o más polímeros distintos. Preferiblemente, el vehículo (B) comprende sólo una poliamida y ningún otro polímero. Preferiblemente, el vehículo (B) no comprende ningún agente de reticulación, por ejemplo epoxis, beta-hidroxiálquilamidas, isocianurato de triglicídilo (TGIC), isocianatos bloqueados, resinas de amino-formaldehído (melaminas), etc.

50 En el contexto de la presente invención, un polímero es una molécula grande (macromolécula) compuesta de unidades estructurales que se repiten conectadas típicamente mediante enlaces químicos covalentes. Aunque el término polímero se puede referir a una gran clase de materiales naturales y sintéticos con una variedad de propiedades, en el contexto de la presente invención el término polímero se usa para describir sólo materiales sintéticos y no de origen natural.

Según la invención, el vehículo (B) comprende una poliamida. En principio, una poliamida es un polímero que



contiene unidades monoméricas unidas mediante enlaces (O=C)-NH- (amídico). El enlace amídico se puede producir a partir de la reacción de condensación de un grupo amino y un grupo ácido carboxílico o cloruro de ácido. Durante la síntesis de las poliamidas se elimina una pequeña molécula, habitualmente agua, o cloruro de hidrógeno. El polímero puede estar constituido por monómeros que comprenden un grupo amino y un grupo ácido carboxílico (denominándose este último un aminoácido), o el polímero puede estar constituido por dos monómeros bifuncionales diferentes, uno con dos grupos amino, el otro con dos grupos ácido carboxílico o cloruro de ácido. Las poliamidas también se pueden sintetizar a partir de amidas cíclicas (lactamas) como monómeros de partida. En el caso de que se use una lactama como monómero de partida, no se elimina agua o cloruro de hidrógeno durante la síntesis de poliamidas. Aunque las poliamidas se pueden producir tanto de forma natural, siendo los ejemplos las proteínas, tales como lana y seda, como de forma artificial a través de la polimerización por crecimiento por etapas, siendo los ejemplos los nailon, las aramidas, etc., en la presente invención el término poliamidas se refiere solamente a poliamidas preparadas artificialmente (sintéticamente), y no a las de origen natural. En el contexto de la presente invención, el término poliamida se usará de forma intercambiable con el término nailon.

Las poliamidas para uso como vehículo en el material antimicrobiano según la invención pueden comprender el producto o resto de la reacción de policondensación de: a) al menos un componente diamínico y al menos un componente de ácido dicarboxílico, o b) al menos una lactama. Será claro para la persona experta en la técnica que, en lugar de/o en combinación con el ácido dicarboxílico, también se puede usar su anhídrido. En lo sucesivo, con ácido dicarboxílico también se quiere decir su anhídrido.

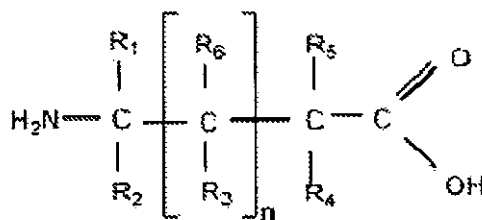
La poliamida usada en la invención se puede preparar de forma adecuada a partir de un tipo de diamina y un tipo de ácido dicarboxílico, o la poliamida se puede preparar a partir de, por ejemplo, un tipo de diamina combinado con más de un tipo de ácido dicarboxílico, o se puede preparar a partir de un tipo de ácido dicarboxílico con más de un tipo de diamina, o se puede preparar a partir de la combinación de más de un tipo de diamina con más de un tipo de ácido dicarboxílico. Sin embargo, se prefiere usar una poliamida preparada a partir de una o dos diaminas y uno o dos ácidos dicarboxílicos, más preferiblemente se prefiere usar una poliamida preparada a partir de una diamina y un ácido dicarboxílico. La poliamida también se puede preparar a partir de una lactama o una mezcla de lactamas. Preferiblemente, la poliamida se prepara a partir de una lactama. La poliamida también se puede preparar a partir de un aminoácido o una mezcla de aminoácidos. Preferiblemente, la poliamida se prepara a partir de un aminoácido.

Los ácidos dicarboxílicos adecuados incluyen, por ejemplo, ácidos dicarboxílicos que tienen de 3 a alrededor de 40 átomos de carbono, y más preferiblemente ácidos dicarboxílicos seleccionados de ácidos dicarboxílicos aromáticos que tienen preferiblemente 8 a 14 átomos de carbono, ácidos dicarboxílicos alifáticos que tienen preferiblemente 4 a 12 átomos de carbono, y/o ácidos dicarboxílicos cicloalifáticos que tienen preferiblemente 8 a 12 átomos de carbono. Los ácidos dicarboxílicos pueden ser ramificados, no lineales o lineales. Preferiblemente, los ácidos dicarboxílicos son lineales. Los ejemplos de ácidos dicarboxílicos adecuados son, por ejemplo, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, ácido naftaleno-2,6-dicarboxílico, ácido ciclohexanodiacético, ácido difenil-4,4'-dicarboxílico, fenilendi(ácido oxiacético), ácido sebácico, ácido succínico, ácido adípico, ácido glutárico y/o ácido azelaico. Los ácidos dicarboxílicos preferibles son ácido azelaico, ácido adípico, ácido tereftálico, ácido isoftálico y ácido dodecanodioico.

La diamina puede ser, por ejemplo, de naturaleza alifática, cicloalifática, alifática-aromática, o aromática. El componente diamínico puede comprender una diamina alifática que tiene, por ejemplo, 2 a 50 átomos de carbono, más preferiblemente 2 a 30 átomos de carbono, lo más preferible 2 a 20 átomos de carbono, por ejemplo 2 a 12 átomos de carbono. Las diaminas alifáticas también pueden contener grupos aromáticos en la molécula. Con las aminas aromáticas, la temperatura de transición vítrea de la poliamida puede ser muy elevada. Por lo tanto, se prefiere usar aminas alifáticas y aromáticas-alifáticas. Con amina alifática se quiere decir un compuesto en el que el grupo amínico está directamente acoplado a una cadena alifática. Con amina aromática se quiere decir un compuesto en el que el grupo amínico está directamente acoplado a una estructura anular aromática. Las diaminas alifáticas también incluyen diaminas cicloalifáticas tales como, por ejemplo, piperazina. Los ejemplos de diaminas alifáticas adecuadas incluyen, por ejemplo, isoforonadiamina 1,2-etilendiamina, 1,3-propilendiamina, 1,6-hexametilendiamina, 1,12-dodecilendiamina, 1,4-ciclohexanobismetilamina, piperazina, p-xililendiamina y/o m-xililendiamina. El componente amínico también puede comprender componentes ramificados, para obtener poliamidas ramificadas. Los ejemplos adecuados incluyen, por ejemplo, di-alquilen-triaminas tales como, por ejemplo, dietilentriamina, di-alquilen-tetraaminas, di-alquilen-pentaminas, di-hexametilen-triamina, ácidos polifuncionales tales como, por ejemplo, ácido 1,3,5-bencenotricarboxílico, anhídrido trimelítico y anhídrido piromelítico, y aminoácidos polifuncionales tales como, por ejemplo, ácido aspártico y ácido glutámico. Las diaminas preferibles son diaminobutano, m-xililen-diamina, trimetilhexametilen-diamina, hexametilendiamina, hexanodimetilendiamina, dimetildiaminodiciclohexilmetano.

Una lactama (el nombre deriva de las palabras *lactona* + *amida*) es una amida cíclica. Los prefijos indican cuántos átomos de carbono (aparte del resto carbonílico) están presentes en el anillo:  $\beta$ -lactama (2 átomos de carbono además del carbonilo, en total 4 átomos anulares),  $\gamma$ -lactama (3 y 5),  $\delta$ -lactama (4 y 6). Las lactamas preferibles son caprolactama y laurilactama.

Un aminoácido es una molécula que contiene grupos funcionales tanto amina como carboxilo. En el contexto de la presente invención, estas moléculas obedecen a la siguiente Fórmula general (I):



en la que:

n es un número entero en el intervalo de 0 hasta e incluyendo 50, preferiblemente n es un número entero en el intervalo de 0 hasta e incluyendo 40, más preferiblemente n es un número entero en el intervalo de 0 hasta e incluyendo 30, incluso más preferiblemente n es un número entero en el intervalo de 0 hasta e incluyendo 28, lo más preferible n es un número entero en el intervalo de 0 hasta e incluyendo 20, por ejemplo n es un número entero en el intervalo de 0 hasta e incluyendo 18; y

R<sub>i</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> pueden ser individualmente hidrógeno y/o sustituyente orgánico que comprende 1-50 átomos de carbono, más preferiblemente 1-30, incluso más preferiblemente 1-20, lo más preferible 1-10, por ejemplo 1-6.

Preferiblemente, el aminoácido usado para preparar la poliamida de la presente invención es 11-aminoundecanoico.

La poliamida según la invención puede ser amorfa, o semicristalina. En el contexto de la presente invención, por poliamida semicristalina se quiere decir que la poliamida semicristalina tiene al menos un pico de fusión definido y una temperatura de fusión ( $T_m$ ) (°C) medida según ISO 11357-1/-3 (velocidad de calentamiento y de enfriamiento igual a 10°C/min). De forma adecuada, la temperatura de fusión está en el intervalo de 150°C hasta e incluyendo 370°C, más preferiblemente en el intervalo de 160°C hasta e incluyendo 350°C, incluso más preferiblemente en el intervalo de 165°C hasta e incluyendo 330°C. La poliamida semicristalina también puede tener al menos una temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ). La temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) (medida según ISO 11357-2) es preferiblemente igual o mayor que 20°C, incluso más preferiblemente es igual o mayor que 30°C, lo más preferible es igual o mayor que 35°C. Preferiblemente, la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) es igual o menor que 250°C, más preferiblemente es igual o menor que 240°C, incluso más preferiblemente es igual o menor que 230°C, lo más preferible es igual o menor que 220°C. En el contexto de la presente invención, por poliamida amorfa se quiere decir que la poliamida tiene sólo una temperatura o temperaturas de transición vítrea ( $T_g$ ). Preferiblemente, la poliamida es semicristalina.

En el caso de poliamidas semicristalinas, por encima de sus temperaturas de fusión ( $T_m$ ), los termoplásticos como el nailon son sólidos amorfos o fluidos viscosos en los que las cadenas se aproximan a espirales aleatorias. Por debajo de  $T_m$ , las regiones amorfas se alternan con regiones que son cristales laminares. Las regiones amorfas contribuyen a la elasticidad, y las regiones cristalinas contribuyen a la resistencia y rigidez. La cantidad de cristalinidad depende de los detalles de formación, así como del tipo de nailon. Cuando los nailon se extruyen en fibras a través de poros en una hilera industrial, las cadenas poliméricas individuales tienden a alinearse debido al flujo viscoso. Si se someten después a estiramiento en frío, las fibras se alinean adicionalmente, incrementando su cristalinidad, y el material adquiere una resistencia adicional a la tracción. En la práctica, las fibras de nailon se estiran muy a menudo usando rodillos calientes a velocidades elevadas. El nailon de bloques tiende a ser menos cristalino, excepto próximo a las superficies, debido a los esfuerzos de cizallamiento durante la formación.

El hecho de que el agente antimicrobiano esté disperso en el vehículo (B) que comprende poliamida -pudiéndose este último teñir fácilmente-, y al mismo tiempo el vehículo (B) esté expuesto al contacto directo con agua, hace posible monitorizar fácilmente la actividad antimicrobiana. Las partículas de nailon son típicamente incoloras o blancas, dependiendo del tipo de nailon. La dispersión de las nanopartículas de plata elemental en una poliamida proporciona un color amarillo a las partículas del material granular de la presente invención. Cuando el material granular de la presente invención se sumerge y se deja en agua no esterilizada, mostrará sus propiedades antimicrobianas. Con el tiempo, la actividad antimicrobiana del material antimicrobiano granular disminuirá puesto que el tamaño medio de las partículas de las nanopartículas de plata elemental disminuirá debido a la liberación gradual de cationes  $Ag^+$ , como se explica aquí. Como consecuencia, el color amarillo de los gránulos del material antimicrobiano se desvanecerá poco a poco con el tiempo, hasta que se desvanezca completamente, dando como resultado gránulos incoloros o blancos, dependiendo del tipo de nailon usado como vehículo (B). La transición gradual de amarillo a blanco o incoloro via diferentes tonos de amarillo se puede seguir visualmente. Esto es una característica muy útil y distintiva de la presente invención, debido a que permite el mantenimiento oportuno, por ejemplo la sustitución, del material antimicrobiano sin el uso de equipo caro y sofisticado, o personal especializado, asegurando así una protección antimicrobiana apropiada para el usuario final. Incluso en el caso en el que el material antimicrobiano de la invención esté rodeado por un recipiente (por ejemplo, siendo el material antimicrobiano parte de un filtro de agua), este último se puede fabricar de tal manera que el desvanecimiento del color todavía se pueda monitorizar visualmente a través de perforaciones de tamaño de partícula, siendo estas últimas tales que el recipiente todavía contenga los gránulos en él.

La poliamida puede tener, por ejemplo, una estructura lineal o casi lineal, ramificada, muy ramificada, de estrella o dendrítica. Preferiblemente, la poliamida es lineal o casi lineal, o ramificada, incluso más preferiblemente la poliamida es lineal o casi lineal.

Preferiblemente, la poliamida (amorfa o semicristalina, pura, sin modificadores del impacto, retardantes de la llama, cargas, modificadores de impacto, plastificantes, agentes de refuerzo tales como fibras de vidrio, fibras inorgánicas, nanocargas, etc.) de la presente invención tiene al menos cuatro, preferiblemente al menos cinco, más preferiblemente tiene al menos seis, lo más preferible tiene al menos siete, por ejemplo ocho, de las siguientes siete propiedades:

1. La densidad ( $\text{Kg/m}^3$ : kilogramo/metro cúbico) (medida según ISO 1183) está en el intervalo de 1010 hasta e incluyendo 3000, más preferiblemente en el intervalo de 1015 hasta e incluyendo 2000, incluso más preferiblemente en el intervalo de 1020 hasta e incluyendo 1800, incluso más preferiblemente en el intervalo de 1020 hasta e incluyendo 1600, lo más preferible en el intervalo de 1020 hasta e incluyendo 1500, por ejemplo en el intervalo de 1020 hasta e incluyendo 1400.
2. Alargamiento en la ruptura (o deformación nominal en la ruptura) (%) (medida según ISO 527-1/-2), es al menos igual a/mayor que 5%, más preferiblemente es al menos igual o mayor que 10%, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 12%, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 15%. El alargamiento en la ruptura es igual o menor que 500%, más preferiblemente es igual o menor que 400%, incluso más preferiblemente es igual o menor que 300%, lo más preferible es igual o menor que 300%.
3. El límite elástico a la tracción (MPa) (medido según ISO 527-1/-2; para convertir MPa en psi, multiplíquese por 145) es al menos igual o mayor que 15 MPa, más preferiblemente es al menos igual o mayor que 20 MPa, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 25 MPa, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 30 MPa. El límite elástico a la tracción es igual o menor que 200 MPa, más preferiblemente es igual o menor que 150 MPa, incluso más preferiblemente es igual o menor que 130 MPa, lo más preferible es igual o menor que 120 MPa.
4. El módulo de flexión (MPa) (medido según ISO 178) es al menos igual o mayor que 900 MPa, más preferiblemente es al menos igual o mayor que 950 MPa, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 1000 MPa, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 1050 MPa. El módulo de flexión es igual o menor que 6000 MPa, más preferiblemente es igual o menor que 5800 MPa, incluso más preferiblemente es igual o menor que 5700 MPa, lo más preferible es igual o menor que 5500 MPa.
5. La resistencia a la flexión (MPa) (medida según ISO 178) es al menos igual o mayor que 10 MPa, más preferiblemente es al menos igual o mayor que 20 MPa, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 30 MPa, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 40 MPa. La resistencia a la flexión es igual o menor que 2000 MPa, más preferiblemente es igual o menor que 1900 MPa, incluso más preferiblemente es igual o menor que 1800 MPa, lo más preferible es igual o menor que 1700 MPa.
6. La resistencia al impacto con entalla Charpy a 23°C ( $\text{KJ/m}^2$ : kiloJulio/metro al cuadrado) (medida según ISO 179/1eA) es al menos igual o mayor que 2  $\text{KJ/m}^2$ , más preferiblemente es al menos igual o mayor que 3  $\text{KJ/m}^2$ , incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 4  $\text{KJ/m}^2$ , incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 5  $\text{KJ/m}^2$ . La resistencia al impacto con entalla Charpy es igual o menor que 250  $\text{KJ/m}^2$ , más preferiblemente es igual o menor que 200  $\text{KJ/m}^2$ , incluso más preferiblemente es igual o menor que 190  $\text{KJ/m}^2$ , lo más preferible es igual o menor que 180  $\text{KJ/m}^2$ .
7. La temperatura de deflexión (°C) a 0,45 MPa (medida según ISO 75-1/-2) está en el intervalo de 130°C hasta e incluyendo 300°C, más preferiblemente en el intervalo de 135°C hasta e incluyendo 290°C, incluso más preferiblemente en el intervalo de 140°C hasta e incluyendo 280°C, lo más preferible en el intervalo de 145° hasta e incluyendo 260°C.
8. El peso molecular medio numérico ( $M_n$ ) (medido según ISO 16014-3 con 1,1,1,3,3,3-hexafluoroisopropanol como eluyente) es al menos igual o mayor que 8000 gramos/mol, más preferiblemente es al menos igual o mayor que 10000 gramos/mol, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 12000 gramos/mol, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 15000 gramos/mol. Preferiblemente, el  $M_n$  es al menos igual o menor que 100000 gramos/mol, incluso más preferiblemente es al menos igual o menor que 80000 gramos/mol, incluso más preferiblemente es al menos igual o menor que 60000 gramos/mol, incluso más preferiblemente es al menos igual o mayor que 50000 gramos/mol.

Preferiblemente, el material antimicrobiano tiene un alargamiento en la ruptura de al menos 5%, un límite de deformación a la tracción de al menos 15 MPa, un módulo de flexión de al menos 900 MPa, una resistencia a la flexión de al menos 10 MPa, y una resistencia al impacto con entalla Charpy de al menos 2  $\text{KJ/m}^2$ .

El peso molecular, y la viscosidad asociada a él, de la poliamida puede desempeñar un papel según la forma final deseada y el tamaño de partícula de las partículas, especialmente cuando se usa la extrusión como técnica de

procesamiento en fundido. Por ejemplo, los grados medio a elevado de viscosidad se usan para varillas de diámetros mayores que 3 mm, siendo esencial la solidificación lenta para evitar espacios vacíos y grietas provocados por una contracción no uniforme. En el caso de que se requieran estructuras más complejas, entonces la extrusión de la poliamida implica extruir la poliamida en una serie de moldes de extremos abiertos interconectados.

La poliamida de la presente invención es preferiblemente una poliamida termoplástica. Las poliamidas termoplásticas o sus composiciones no requieren el curado [reacción química que transcurre vía incremento del peso molecular, eventualmente enlazándose las cadenas poliméricas juntas (reticulándose) en una red molecular infinita (formación de red)] cuando se producen o fabrican partes, y el único calentamiento necesario es aquel requerido para completar la fusión de la poliamida. Las poliamidas termoplásticas o sus composiciones no comprenden un agente de reticulación tal como, por ejemplo, epoxis, beta-hidroxiálquilamidas, isocianurato de triglicidilo (TGIC), isocianatos bloqueados, resinas de amino-formaldehído (melaminas), etc, debido a que no requieren curado. Cuando las poliamidas termoplásticas se someten a calor, no sufren transformación irreversible desde un líquido viscoso a un sólido o un gel elástico o caucho. Las poliamidas termoplásticas tienen un peso molecular medio numérico ( $M_n$ ) distintivamente mayor con respecto a las poliamidas -habitualmente conocidas como- termoendurecidas.

El vehículo (B) puede comprender más de un polímero. El vehículo (B) puede comprender una mezcla de poliamidas, o una mezcla de la poliamida o poliamidas con otros polímeros. El uso de una mezcla de polímeros se puede hacer a fin de obtener un equilibrio de las propiedades de los dos materiales, o para reducir la captación de humedad. Las mezclas de nailon-6,6 con poli(óxido de fenileno) han sido las más exitosas, pero también se pueden usar mezclas de nailon-6,6 y nailon-6 con polietileno o polipropileno. Preferiblemente, el vehículo (B) comprende mezclas de poliamidas preparadas a partir de poliamidas de la presente invención.

Según la presente invención, el vehículo (B) también puede comprender aditivos. Los aditivos que pueden formar parte del vehículo (B) incluyen aditivos conocidos habitualmente por la persona experta, tales como lubricantes, nucleantes, estabilizantes, modificadores del impacto, retardantes de la llama, modificadores del impacto, cargas, plastificantes, agentes de refuerzo tales como fibras de vidrio, fibras inorgánicas, nanocargas, etc. Estas últimas (nanocargas) son materiales en los que las capas de silicato de tamaño nanométrico se dispersan uniformemente en las poliamidas para dar niveles elevados de refuerzo a niveles muy bajos (por ejemplo 5%). Los minerales de arcilla de tipo capa se tratan para obtener las capas separadas, permitiendo que se incorporen en la estructura polimérica (intercalado). Los desarrollos iniciales implicaron la incorporación durante la polimerización del nailon, pero ahora se han desarrollado rutas de formación de compuestos por extrusión. Algunas ventajas de esta tecnología son la baja densidad y la contracción isotrópica. Los aditivos también pueden ser de naturaleza polimérica.

Preferiblemente, el vehículo (B) comprende sólo polímeros y aditivos, más preferiblemente el vehículo (B) comprende sólo un polímero y aditivos, incluso más preferiblemente el vehículo (B) comprende una poliamida y aditivos, por ejemplo el vehículo (B) comprende sólo una poliamida, ningún otro polímero, y aditivos.

En todavía otra realización preferida, el tamaño de partículas del material granular está en el intervalo de 1,5 mm hasta e incluyendo 5,0 mm, la relación de aspecto R está en el intervalo de 1,0 hasta e incluyendo 6,0, las partículas tienen un ángulo de fricción bajo el agua en el intervalo de 2 hasta incluyendo 28°, la cantidad del agente antimicrobiano (A) está en el intervalo de 0,001% p/p hasta e incluyendo 1,8% p/p en el material antimicrobiano, y la cantidad del vehículo (B) está en el intervalo de 98,2% p/p hasta e incluyendo 99,999% p/p en el material antimicrobiano.

En aún otra realización preferida, el vehículo (B) es una poliamida seleccionada del grupo de nailon-6, nailon-11, nailon-12, nailon-6,6, nailon-4,6, nailon-6,9, nailon-6,12, nailon-66, nailon-6T, nailon-6-6-T, nailon-4-6-T, nailon-MXD, nailon-6T,6I, nailon-MXD-6, nailon-PDA-T, nailon-6-3-T (poliamida NDT/INDT), nailon-6I, nailon-6-G, nailon-12-G, un copolímero de bloques de nailon-12 y poli-THF (PEBAX), poliftalamida, o mezclas de los mismos. Preferiblemente, la poliamida se selecciona del grupo que consiste en nailon-6, nailon-4,6 o nailon-6,6, y sus mezclas. Las poliamidas termoplásticas típicas son, por ejemplo, las comercializadas con los siguientes nombres comerciales: Akulon, Stanyl, Zytel, Celanese, Vydyne, Capron, Ultramid, Grillon, Nycoa, Rilsan, Amodel, Orgalloy, Technyl, Durethan, Vestamid, Trogamid, Technyl, Radilon, Leona, Novamid, Reny, Arlen, Amilan, Ube Nylon, Unitika, Grillamid, Grivory, Beetle, Polynil, etc. Preferiblemente, la poliamida de la presente invención es Zytel, o Akulon o Stanyl, o sus mezclas, más preferiblemente se usarán como vehículos Akulon o Stanyl, o sus mezclas, incluso más preferiblemente se usarán como vehículo (B) Akulon o Stanyl.

La presente invención también proporciona un método para la preparación de un material antimicrobiano granular según la presente invención, que comprende las siguientes etapas:

- a. mezclar en seco una poliamida con un compuesto químico que comprende plata como catión, formando de ese modo una premezcla;
- b. amasar y calentar la premezcla durante un tiempo y a una temperatura que son:
  - i) adecuados para hacer que la poliamida fluya sin descomponerla;

ii) adecuados para descomponer el compuesto químico.

c. extruir, enfriar y cortar;

d. recoger los gránulos con un tamaño de partículas menor que 8 mm y mayor que 1 mm.

5 Los nailon se pueden extruir en equipo convencional y con configuraciones conocidas por la persona experta en la técnica. Las siguientes pueden ser, por ejemplo, configuraciones para la extrusión del nailon, aunque la invención no está limitada solamente a estas configuraciones. El mecanismo de transmisión de la extrusora debería ser capaz de una variación continua a lo largo de un intervalo de velocidades del tornillo. El nailon requiere a menudo un torque elevado a velocidades bajas del tornillo; los requisitos típicos de potencia serían un motor de 7,5 kW para una máquina de 30 mm, o 25 kW para una de 60 mm. Es necesario un tornillo para nailon, y no se debería de enfriar.

10 Las relaciones de compresión están, por ejemplo entre 3,5:1 y 4:1 para nailon-6,6 y nailon-6; entre 3:1 y 3,5:1 para nailon-11 y nailon-12. La relación de longitud a diámetro del tornillo debería ser mayor que 15:1; se recomienda al menos 20:1 para nailon-6,6, y 25:1 para nailon-12. La mayoría de las operaciones de extrusión requieren un nailon de viscosidad elevada (peso molecular elevado) a fin de dar una elevada resistencia en fundido para mantener la forma del extrusado.

15 El material antimicrobiano granular así producido se puede usar directamente para pequeños usos/usos domésticos, por ejemplo garrafas de agua y/o grandes depósitos de agua comunitarios, proporcionando una actividad antimicrobiana mejorada y la esterilización eficaz de agua.

En todavía otra realización, la presente invención proporciona un material obtenido y/u obtenible mediante el método como se describe aquí anteriormente (en la página 21, líneas 15 a 25).

20 En otra realización, la presente invención proporciona un artículo que comprende el material antimicrobiano granular de la presente invención y un cuerpo envolvente que contiene el material antimicrobiano granular. En el contexto de la presente invención, un artículo es un objeto o producto o elemento individual de una clase diseñada para servir para un fin o llevar a cabo una función especial, y puede no tener igual. El cuerpo envolvente puede ser flexible, plegable, se puede drapear, o rígido. El cuerpo envolvente puede estar hecho de metal, madera, vidrio, plástico,

25 material textil, material cerámico, mezclas de los mismos, etc. El cuerpo envolvente puede tener una estructura abierta, tal como una bolsa abierta, o una estructura cerrada, tal como un bote cerrado con una tapa. El cuerpo envolvente puede ser capaz de retener agua, no siendo así permeable a agua, por ejemplo un recipiente, o el cuerpo envolvente puede permitir que el agua fluya a su través, siendo así permeable al agua, por ejemplo una bolsa hecha de un material textil, o un recipiente de lata perforado. El material envolvente está hecho

30 adecuadamente de un material que tiene una estructura porosa, tal como material textil o lámina metálica perforada. Los cuerpos envolventes ejemplares incluyen, pero no se limitan a, recipientes, bolsas, cestos, bols, estuches, cajas, bolsas, cestos, discos, estuches, cajas de cartón, etc.

En otra realización, la presente invención proporciona un artículo como se describe aquí, en el que el cuerpo envolvente es un recipiente. Según la presente invención, el recipiente es un cuerpo envolvente que puede retener

35 agua. Los recipientes ejemplares incluyen, pero no se limitan a, cartones, botellas, latas, tarros, viales, bidones, cápsulas, recipientes de lata no perforados, tanques de almacenamiento, tanques para agua de lluvia.

En todavía otra realización, la presente invención proporciona un artículo como se describe aquí, en el que el cuerpo envolvente es un cuerpo envolvente poroso permeable al agua, cuerpo envolvente poroso permeable al agua el cual

40 tiene poros con un diámetro de manera que impiden que el material antimicrobiano granular se salga del cuerpo envolvente poroso permeable al agua.

En una realización adicional, la presente invención proporciona un dispositivo que consiste en un conjunto de partes, que comprende una parte que contiene un artículo según la presente invención en el que el cuerpo envolvente es un

45 cuerpo envolvente poroso permeable al agua, cuerpo envolvente poroso permeable al agua el cual tiene poros con un diámetro de manera que impiden que el material antimicrobiano granular se salga del cuerpo envolvente poroso permeable al agua, o el material antimicrobiano granular de la presente invención. Según la presente invención, un dispositivo es una pieza de equipo o un mecanismo diseñado para servir para un fin especial o llevar a cabo una función especial, y puede consistir en más de una parte (conjunto de partes). Por ejemplo, el dispositivo puede ser un aparato usado para el tratamiento de agua, y en particular para el tratamiento de agua potable, o un aparato que usa agua tratada.

50 En una realización particular, el dispositivo según la invención es un dispositivo de purificación de agua que comprende un depósito de recogida de agua expandible que tiene un volumen variable, en el que al menos parte de la superficie del depósito comprende un área de filtro, siendo el área de filtro permeable al agua y permitiendo que el agua entre al depósito de recogida de agua cuando el área de filtro se sumerge en agua. El dispositivo puede comprender además un medio de expansión accionado mecánicamente para ejercer una fuerza para incrementar el

55 volumen del depósito de recogida de agua y extraer de ese modo agua a través del área de filtro al depósito de recogida de agua. Tal dispositivo se describe en el documento WO 2009/073994, que se incorpora aquí como referencia. En uso, el dispositivo de recogida de agua se sumerge y se libera el medio de expansión, extrayendo agua al dispositivo de recogida de agua a través del área de filtro. El dispositivo de purificación de agua se puede

proporcionar con el material antimicrobiano granular según la invención residiendo en el depósito de recogida de agua expandible. Una vez que el dispositivo de recogida de agua se sumerge y se libera el medio de expansión, el agua no sólo es purificada por filtración, sino también es esterilizada además mediante el material antimicrobiano granular, haciendo de ese modo a la esterilización por el material antimicrobiano granular incluso más eficaz.

5 En todavía otra realización, la presente invención proporciona el uso de:

- a) un material antimicrobiano granular según la presente invención; o
- b) un artículo según la presente invención; o
- c) un dispositivo según la presente invención; o

10 para el tratamiento de agua, y en particular para el tratamiento de agua potable. Los usos ejemplares incluyen, pero no se limitan a, sistemas/aparatos de tratamiento de agua, filtros de agua, piscinas, baños de hidromasaje, recipientes de suministro de agua, tanques de almacenamiento de agua, tanques para el agua de lluvia, lavavajillas.

En una realización adicional, la presente invención proporciona el uso de un material antimicrobiano granular según la presente invención para aplicaciones antimicrobianas, en el que el material antimicrobiano granular se usa en una cantidad y en un formato que permite que el material antimicrobiano granular muestre su actividad antimicrobiana.

15 Todavía, otro aspecto de la invención es el material antimicrobiano según los Ejemplos 1 a 4, descrito aquí.

Otros aspectos de la invención y características preferidas de la misma se dan en las reivindicaciones aquí.

La invención se ilustrará ahora mediante los siguientes ejemplos, sin embargo sin estar limitada a ellos.

## EJEMPLOS

### Métodos y técnicas analíticas

20 Medida del tamaño de partículas del material granular

El tamaño de partículas del material granular se midió en una máquina de tamizado Retsch AS 200 Control según el método descrito en DIN 66165-1/-2. Los parámetros del análisis del tamiz según DIN 66165-1/-2 se dan a continuación:

	Movimiento de tamizado	tridimensional
25	Amplitud	1,5 mm
	Intervalo de tamizado	10 segundos
	Tipo de tamizado	seco
	Período de tamizado	10 minutos

### Medida de las propiedades del vehículo (B)

30 La densidad del vehículo (B) se midió según ISO 1183. La temperatura de fusión (°C) del vehículo (B) se midió según ISO 11357-1/-3 (velocidad de calentamiento y de enfriamiento igual a 10°C/min). La temperatura de transición vítrea (°C) ( $T_g$ ) del vehículo (B) se midió según ISO 11357-2 (velocidad de calentamiento y de enfriamiento igual a 10°C/min). El alargamiento en la ruptura (%) del vehículo (B) se midió según ISO 527-1. El módulo de flexión (MPa) del vehículo (B) se midió según ISO 178. La resistencia al impacto con entalla Charpy (KJ/m<sup>2</sup>) del vehículo (B) se midió según ISO 179/1eA. El límite elástico a la tracción (MPa) del vehículo (B) se midió según ISO 527-1/-2 (para convertir MPa en psi, multiplíquese por 145). La temperatura de deflexión (°C) a 0,45 MPa del vehículo (B) se midió según ISO 75-1/-2, y el peso molecular medio numérico ( $M_n$ ) del vehículo (B) se midió según ISO 16014-3 con 1,1,1,3,3,3-hexafluoroisopropanol como eluyente.

### Medida del tamaño de partículas de las nanopartículas de plata elemental

40 El tamaño de partículas de las nanopartículas de plata elemental y el % de grado de asociación se midieron en un microscopio electrónico de transmisión (TEM) tipo "EFTEM LEO 912" (Leo Co.). Las investigaciones mediante TEM se llevaron a cabo en cortes de microtomo que tienen un grosor de capa en el intervalo entre 70 y 100 nm.

El tamaño medio de las partículas de las nanopartículas de plata elemental (APSN) se determinó según la siguiente ecuación:

45 
$$APSN = (\sum_i N_i D_i) / (\sum_i N_i)$$

en la que  $N_i$  es el número de nanopartículas de plata elemental presentes en tres muestras de microtomo (cortes) con dimensiones de 1 mm (longitud) x 1 mm (anchura) y grosor de capa en el intervalo entre 70 y 100 nm, con diámetro  $D_i$ . Los tres cortes de microtomo se realizaron en tres partículas seleccionadas al azar del material granular.

5 Medida del % de grado de asociación de las nanopartículas de plata elemental

El % de grado de asociación (% DOA) de las nanopartículas de plata elemental se midió como sigue:

$$\% \text{ DOA} = 100 \times (N_{\text{conectadas}} / N_i)$$

10 en el que  $N_i$  fue el número de nanopartículas de plata elemental presentes en tres muestras de microtomo (cortes) con dimensiones de 1 mm (longitud) x 1 mm (anchura) y grosor de capa en el intervalo entre 70 y 100 nm, y  $N_{\text{conectadas}}$  representa el número total de nanopartículas de plata elemental distintas que se conectaron a al menos alguna otra nanopartícula de plata elemental. Los tres cortes de microtomo se realizaron en tres partículas seleccionadas al azar del material granular.

El APSN y el % DOA se midieron a partir de las mismas tres muestras de microtomo.

Método UAF/OCA30: Método para medir el ángulo de fricción bajo el agua (UAF)

15 El ángulo de fricción bajo el agua (UAF) de una partícula de la presente invención es la media aritmética de  $n$  medidas del ángulo a partir de la horizontal en el que la partícula comenzará a deslizarse cuando se coloca sobre una superficie de poliestireno redonda con un diámetro de 5,0 cm, sumergiéndose en agua tanto la partícula como la superficie, y sometándose a ambas a una presión de agua igual a la presión generada por una columna cilíndrica de 25 ml de agua con un diámetro de 5,0 cm.

20 El UAF se midió bajo el agua. Para medir el UAF, se usó un medidor del ángulo de contacto semiautomático a base de vidrio, el OCA 30 de DataPhysics Instruments GmbH. El instrumento OCA 30 se usa típicamente para la medida semiautomática del comportamiento humectante de sólidos, así como para ensayos en serie y análisis sistemático. En el contexto de la presente invención, este dispositivo se usó para medir exactamente el ángulo de fricción bajo el agua de los gránulos del material granular de la presente invención proporcionados en una variedad de formas y tamaños de partículas.

25 Un recipiente cilíndrico de poliestireno [5,0 cm x 2,0 cm, (diámetro) x (altura)] se cargó con 25 ml de agua. Se sumergió una partícula de muestra en el agua y se dejó hundir en la periferia del fondo del recipiente, de tal manera que tocara la pared del recipiente. El recipiente se fijó entonces apropiadamente en la etapa de medida del OCA30. La etapa de medida es ajustable de forma motorizada y controlada por software en el eje Y y Z, y es ajustable para la colocación exacta de la muestra. Subsiguientemente, la etapa de medida se ajusta para comenzar la inclinación. La velocidad de inclinación de la etapa de medida fue 2,7°/s. La inclinación de la etapa de medida se monitoriza mediante una cámara de vídeo en línea. El ángulo al que la partícula de muestra comienza a deslizarse desde su posición inicial hacia el lado no inclinado de la etapa de medida se registra mediante el registro de la cámara de vídeo en línea. La medida se repite 4 veces más (5 medidas en total por material granular), cada vez con partículas seleccionadas al azar del material granular. Los cinco ángulos registrados -como se describe anteriormente- se promedian (sumando los valores de los ángulos y dividiendo entre 5), y el valor medio (promedio) de estas 5 medidas será como el ángulo de fricción bajo el agua para las partículas.

Métodos para evaluar la actividad antimicrobiana

i) Método para evaluar la actividad antimicrobiana después de 24 horas

40 Los ensayos de actividad antimicrobiana se llevaron a cabo en la cepa ATCC de *E. coli* y en la cepa ATCC de *Staphylococcus aureus*, durante un período de tiempo de 24 horas.

45 Se añadió material antimicrobiano de la presente invención (5 gramos) a 50 ml de tampón de fosfato (5 mM, pH = 7,0), que contiene alrededor de  $10^4$  cfu/ml de bacterias, mientras se agita (320 rpm) a temperatura ambiente (23°C). La agitación se continuó durante 24 horas a temperatura ambiente. Después de este período de tiempo, la disolución se diluyó con disolución tampón (10 y 100 veces) y se extendieron 0,1 ml sobre medio LB-agar en una cápsula de Petri (LB-agar por litro: 10 gramos de triptona Bacto; 5 gramos de extracto de levadura Bacto; 5 gramos de NaCl; 15 gramos de agar Bacto) y se registró y se dio a conocer las cfu (unidades formadoras de colonia)/ml. Cuanto mayor es la cfu/ml, menor es la actividad antimicrobiana del material antimicrobiano ensayado.

ii) Método para evaluar la actividad antimicrobiana prolongada

50 Los ensayos de actividad antimicrobiana prolongada se llevaron a cabo con la cepa ATCC de *E. coli* durante un período de tiempo de 90 días.

Se añadió material antimicrobiano de la presente invención (5 gramos) en 1000 ml de agua de grifo. Para cada material granular ensayado se preparó una serie de tres mezclas así preparadas (material granular de la presente

invención y agua del grifo). Como tiempo cero para este experimento, se tomó el tiempo al terminar la preparación de las mezclas anteriores. Durante todo el experimento, el agua de grifo se renovó dos veces a la semana.

5 Después de 30 días, el agua de una de las mezclas se eliminó, y el material granular se añadió a 50 ml de tampón de fosfato (5 mM, pH = 7,0) que contiene alrededor de  $10^4$  cfu/ml de bacterias, mientras se agita (320 rpm) a temperatura ambiente (23°C). La agitación se continuó durante 24 horas a temperatura ambiente. Después de este período de tiempo, la disolución se diluyó con disolución tampón (10 y 100 veces) y se extendieron 0,1 ml sobre un medio LB-agar en una cápsula de Petri (LB-agar por litro: 10 gramos de triptona Bacto; 5 gramos de extracto de levadura Bacto; 5 gramos de NaCl; 15 gramos de agar Bacto), y se registró y se dio a conocer las cfu (unidades formadoras de colonia)/ml. El mismo procedimiento que éste aplicado para evaluar la actividad antimicrobiana después de 30 días se repitió tras 60 y 90 días con las dos mezclas que quedan (una usada para la medida después de 60 días, y la otra para la medida después de 90 días).

Cuanto mayor es la cfu/ml, menor es la actividad antimicrobiana del material antimicrobiano ensayado.

Propiedades de Akulon™ F223-D [vehículo (B)]

15 Se usó Akulon™ F223-D (nilon-6) como vehículo (B) en el contexto de la presente invención. Akulon™ F223-D seco tuvo las siguientes propiedades:

$T_m$ : 220 °C;

$T_g$ : 60 °C;

$M_n$ : 20000 gramos/mol;

Densidad: 1130 Kg/m<sup>3</sup>;

20 Alargamiento en la ruptura: 20%;

Límite elástico en la tracción: 85 MPa;

Módulo de flexión: 2600 MPa;

Resistencia a la flexión 100 MPa;

Resistencia al impacto con entalla Charpy a 23°C: 8 KJ/m<sup>2</sup>;

25 Temperatura de deflexión a 0,45 MPa: 185°C.

Preparación de material no antimicrobiano granular de referencia (Ref A), material antimicrobiano no granular comparativo (Comp A) y nuevos materiales antimicrobiano granulares (Ejemplos 1 a 4)

Ref A: Material no antimicrobiano granular de referencia

30 El granulado Akulon™ F223-D se secó toda la noche a 80°C. Subsiguientemente, el granulado Akulon™ F223-D seco se dosificó a una extrusora de doble tornillo, Berstorff ZE 25/48D equipada con tornillos (B).24 RM65 03, una matriz de 2 mm x 3 mm, un baño de enfriamiento estándar, cuatro unidades de recogida y una granuladora (Scheer tipo SGS 50 E). La configuración de la temperatura fue 80, 240, 250, 260, 280, 280 y 290°C. El tiempo de residencia se ajustó para 160 segundos. Con la extrusión, el tamaño de los gránulos similares a varillas blancos recogidos (material no antimicrobiano de referencia) fue aproximadamente 2 mm x 3,5 mm (diámetro x longitud).

35 La relación de aspecto (R) de estos gránulos fue igual a 1,75.

Comp A: material antimicrobiano no granular comparativo

40 Se disolvió nitrato de plata (500 gramos) en 500 ml de agua. Una porción (200 ml) de la disolución acuosa así producida de nitrato de plata se roció sobre 5 kg de granulado Akulon™ F223-D (habiéndose secado este último a 80°C toda la noche) en un tambor giratorio. Durante las vueltas en el tambor, la disolución acuosa de nitrato de plata fue absorbida por el granulado Akulon™ F223-D, y la mezcla siguió fluyendo libremente mientras se hacía girar en el tambor. Subsiguientemente, la mezcla así producida se dosificó a una extrusora de doble tornillo, Berstorff ZE 25/48D, equipada con tornillos (B).24 RM65 03, una matriz de 2 mm x 3 mm, un baño de enfriamiento estándar, cuatro unidades de recogida y una granuladora (Scheer tipo SGS 50 E). La configuración de temperatura fue 80, 240, 250, 260, 280, 280 y 290°C. El tiempo de residencia se configuró para 160 segundos. Con la extrusión, el tamaño de las partículas del granulado similar a varillas recogidas fueron aproximadamente 2 mm x 3,5 mm (diámetro x longitud).

45 Los granos se comprimieron entonces por calor a 240°C durante 3 minutos en láminas de molde, midiendo cada una 100 mm x 100 mm x 1 mm (longitud x anchura x altura).



## ES 2 393 252 T3

Se obtuvieron peletes amarillos, que miden cada uno 10 mm x 20 mm x 1 mm (longitud x anchura x altura), al cortar los moldes de láminas con una cuchilla de sierra de diamante.

La relación de aspecto (R) de estas placas fue igual a 20,00.

### Ejemplo 1: nuevo material antimicrobiano granular

5 Se disolvió nitrato de plata (500 gramos) en 500 ml de agua. Una porción (200 ml) de la disolución acuosa así producida de nitrato de plata se roció sobre 5 kg de granulado Akulon™ F223-D (habiéndose secado este último a 80°C toda la noche) en un tambor giratorio. Durante las vueltas en el tambor, la disolución acuosa de nitrato de plata fue absorbida por el granulado Akulon™ F223-D, y la mezcla siguió fluyendo libremente mientras se hacía girar en el tambor. Subsiguientemente, la mezcla así producida se dosificó a una extrusora de doble tornillo, Berstorff ZE 10 25/48D, equipada con tornillos (B).24 RM65 03, una matriz de 2 mm x 3 mm, un baño de enfriamiento estándar, cuatro unidades de recogida y una granuladora (Scheer tipo SGS 50 E). La configuración de temperatura fue 80, 240, 250, 260, 280, 280 y 290°C. El tiempo de residencia se configuró para 160 segundos.

Con la extrusión, el tamaño de los granulos similares a varillas amarillos recogidos fueron aproximadamente 2 mm x 3,5 mm (diámetro x longitud).

15 La relación de aspecto (R) de estas placas fue igual a 1,75.

La cantidad de plata es 1,25% p/p del material granular.

El tamaño de partículas del material antimicrobiano del Ejemplo 1 se midió mediante análisis de tamiz según el método descrito en DIN66165-1/-2. El tamaño de la muestra fue 13,17 gramos, y la pérdida de peso al tamizar fue 0,00 gramos. Los resultados del análisis de tamiz del material granular del Ejemplo 1 se presentan en la Tabla 2.

20 Tabla 2: Resultados del análisis de tamiz de material granular del Ejemplo 1.

RESULTADOS DEL ANÁLISIS DE TAMIZ				
Clase de grano (tamaño de grano)	Fracción másica		Acumulativo	
	(mm)	(gramo)	(%)	Q3 (%)
< 1,40	0,03	0,2	0,2	99,8
1,40-1,60	0,04	0,3	0,5	99,5
1,60-1,70	0,03	0,2	0,8	99,2
1,70-1,80	0,78	5,9	6,7	93,3
1,80-2,00	11,86	90,1	96,7	3,3
2,00-2,36	0,36	2,7	99,5	0,5
2,36-2,50	0,04	0,3	99,8	0,2
2,50-2,80	0,01	0,1	99,8	0,2
2,80-3,15	0,02	0,2	100,0	0,0
> 3,15	0,00	0,0	100,0	0,0

Los valores  $x(Q=10,0\%)$ ,  $x(Q=50,0\%)$ ,  $x(Q=90,0\%)$ , el  $X_m$  (tamaño medio de partículas) y la desviación estándar o valor de expansión del  $X_m$  del material granular del Ejemplo 1, calculados para los resultados del análisis de tamiz, fueron los siguientes:

$x(Q=10,0\%)$ : 1,807 mm;

$x(Q=50,0\%)$ : 1,896 mm;

$x(Q=90,0\%)$ : 1,985 mm;

$X_m$  (tamaño medio de partículas): 1,898 mm, desviación estándar: 0,094.

25 El ángulo de fricción bajo el agua de

- a. los gránulos similares a varillas (2 mm x 3,5 mm) del material granular del Ejemplo 1, y
- b. las placas (20 mm x 10 mm x 1 mm) del material no granular de Comp A,

se midieron según el método de UAF/OCA-30 descrito aquí. Los resultados se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3: Angulo de fricción bajo el agua (UAF) de las partículas del material no granular de Comp A y del material granular del Ejemplo 1.

5

Material	Forma de la partícula	Relación de aspecto	UAF (°)*	UAF medio (°)**	Desviación estándar UAF (°)
Comp. A	Placa	20,00	34,0	32,8	0,8
Comp. A	Placa	20,00	33,0		
Comp. A	Placa	20,00	32,0		
Comp. A	Placa	20,00	32,0		
Comp. A	Placa	20,00	33,0		
Ejemplo 1	Similar a varillas	1,75	25,0	24,0	1,2
Ejemplo 1	Similar a varillas	1,75	25,0		
Ejemplo 1	Similar a varillas	1,75	24,0		
Ejemplo 1	Similar a varillas	1,75	22,0		
Ejemplo 1	Similar a varillas	1,75	24,0		

\*UAF (°): ángulo de fricción bajo el agua de medidas individuales

\*\*UAF medio (°): ángulo de fricción bajo el agua de las partículas de material correspondiente.

A partir de la Tabla 3, está claro que los gránulos similares a varillas del material antimicrobiano del Ejemplo 1 se mueven de forma mucho más fácil cuando se sumergen en un recipiente de agua, al compararlos con las placas del material antimicrobiano de Comp A.

10

El tamaño medio de partículas de las nanopartículas de las nanopartículas de plata elemental (medido como se describe aquí) fue alrededor de 20 nm.

El % de grado de asociación (% DOA) de las nanopartículas de plata elemental fue menor que 40%.

**Ejemplo 2: nuevo material antimicrobiano granular**

15

El granulado Akulon™ F223-D se secó a 80°C toda la noche. En un tambor giratorio en funcionamiento, se roció aceite de parafina (0,25 % p/p del granulado Akulon™ F223-D) sobre el granulado Akulon™ F223-D seco. Después de un cierto periodo de tiempo en el que el granulado Akulon™ F223-D seco se cubrió con aceite de parafina, se roció nitrato de plata (en forma de polvo) (2% p/p del granulado Akulon™ F223-D) sobre el granulado Akulon™ F223-D seco cubierto con aceite de parafina, durante un periodo de tiempo suficiente para provocar que el nitrato de plata se pegase sobre la superficie de los gránulos Akulon™ F223-D secos que, como se explicó, se cubrieron con aceite de parafina. La mezcla así producida siguió fluyendo libremente al hacerla girar en el tambor giratorio. Subsiguientemente, la mezcla mencionada anteriormente se dosificó a una extrusora de doble tornillo, Berstorff ZE 25/48D, equipada con tornillos (B).24 RM65 03, una matriz de 2 mm x 3 mm, un baño de enfriamiento estándar, cuatro unidades de recogida y una granuladora (Scheer tipo SGS 50 E). La configuración de temperatura fue 80, 240, 250, 260, 280, 280 y 290°C. El tiempo de residencia se configuró para 160 segundos. Con la extrusión, el tamaño de los gránulos similares a varillas amarillos recogidos fue aproximadamente 2 mm x 3,5 mm (diámetro x longitud)

20

25

La relación de aspecto (R) de estos gránulos fue igual a 1,75.

La cantidad de plata es 1,25% p/p del material granular.

30

**Ejemplo 3: nuevo material antimicrobiano granular**

El granulado Akulon™ F223-D se enfrío con hielo de dióxido de carbono, y se trituró. La pelusa de Akulon™ F223-D así producida se secó a 80°C toda la noche. En un tambor giratorio en funcionamiento, se roció nitrato de plata (en forma de polvo) (2% p/p del granulado Akulon™ F223-D) sobre la pelusa de Akulon™ F223-D seca. Durante el giro

en el tambor giratorio, el nitrato de plata se mezcló razonablemente bien con la pelusa de Akulon™ F223-D, proporcionando una mezcla relativamente homogénea. La mezcla siguió fluyendo libremente al hacerla girar en el tambor giratorio. Subsiguientemente, la mezcla así producida se dosificó a una extrusora de doble tornillo, Berstorff ZE 25/48D, equipada con tornillos (B).24 RM65 03, una matriz de 2 mm x 3 mm, un baño de enfriamiento estándar, cuatro unidades de recogida y una granuladora (Scheer tipo SGS 50 E). La configuración de temperatura fue 80, 240, 250, 260, 280, 280 y 290°C. El tiempo de residencia se configuró para 160 segundos. Con la extrusión, el tamaño de los gránulos semejantes a varillas amarillos recogidos fue aproximadamente 2 mm x 3,5 mm (diámetro x longitud).

La relación de aspecto (R) de estos gránulos fue igual a 1,75.

La cantidad de plata es 1,25% p/p del material granular.

**Ejemplo 4: nuevo material antimicrobiano granular**

El granulado Akulon™ F223-D se secó a 80°C toda la noche. En un tambor giratorio en funcionamiento, se roció aceite de parafina (0,10 % p/p del granulado Akulon™ F223-D) sobre el granulado Akulon™ F223-D seco. Después de un cierto periodo de tiempo en el que el granulado Akulon™ F223-D seco se cubrió con aceite de parafina, se roció nitrato de plata (en forma de polvo) (160 ppm del granulado Akulon™ F223-D) sobre el granulado Akulon™ F223-D seco cubierto con aceite de parafina, durante un periodo de tiempo suficiente para provocar que el nitrato de plata se pegase sobre la superficie de los gránulos Akulon™ F223-D secos que, como se explicó, se cubrieron con aceite de parafina. La mezcla así producida siguió fluyendo libremente al hacerla girar en el tambor giratorio. Subsiguientemente, la mezcla mencionada anteriormente se dosificó a una extrusora de doble tornillo, Berstorff ZE 25/48D, equipada con tornillos (B).24 RM65 03, una matriz de 2 mm x 3 mm, un baño de enfriamiento estándar, cuatro unidades de recogida y una granuladora (Scheer tipo SGS 50 E). La configuración de temperatura fue 80, 240, 250, 260, 280, 280 y 290°C. El tiempo de residencia se configuró para 160 segundos.

Con la extrusión, el tamaño de los gránulos similares a varillas amarillos recogidos fue aproximadamente 2 mm x 3,5 mm (diámetro x longitud)

La relación de aspecto (R) de estos gránulos fue igual a 1,75.

La cantidad de plata es 100 ppm (=0,01% p/p) del material granular.

**Ejemplo 5: liberación de plata con el tiempo**

El material antimicrobiano granular (5 gramos) se suspendió en 50 ml de agua a temperatura ambiente (23°C), mientras se agitaba suavemente. La concentración del catión plata (C<sub>Ag+</sub>) en la disolución acuosa se midió mediante absorción atómica a lo largo del tiempo.

La concentración de catión plata (C<sub>Ag+</sub>) en la disolución acuosa se midió para los materiales antimicrobianos granulares del Ejemplo 1, Ejemplo 2 y Ejemplo 3, respectivamente. La Tabla 4 presenta la liberación de plata a lo largo del tiempo de los materiales granulares de los Ejemplos 1 a 3.

Tabla 4: Liberación de plata con el tiempo (C<sub>Ag+</sub> frente al tiempo) de los materiales granulares de los Ejemplos 1 a 3.

Tiempo (horas)	Material granular		
	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3
	C <sub>Ag+</sub> (ppb)*	C <sub>Ag+</sub> (ppb)	C <sub>Ag+</sub> (ppb)
1	10	12	12
3	25	28	24
5	30	33	27
8	35	38	32
16	38	42	33
24	40	45	38
48	42	45	40
72	41	44	42

\*ppb: partes por billón

A partir de los datos mostrados en la Tabla 4, está claro que la concentración de catión plata ( $C_{Ag^+}$ ) en la disolución acuosa alcanza un equilibrio puesto que se nivela en aproximadamente 24 h. Este hallazgo importante demuestra la propiedad única del material antimicrobiano granular para mantener una  $C_{Ag^+}$  menor que 0,1 mg/litro (miligramos/litro), que es la concentración más alta recomendada según la Organización Mundial de la Salud (OMS) que se podría tolerar sin riesgo para la salud, como se explica aquí. Además, este fenómeno depende de los tres métodos de preparación del material antimicrobiano granular (Ejemplos 1 a 3).

**Ejemplos 6 a 10: Evaluación de la actividad antimicrobiana de los materiales granulares de los Ejemplos de Ref A y de los Ejemplos 1 a 4 después de 24 horas**

La evaluación de la actividad antimicrobiana de los materiales granulares de los Ejemplos Ref A y de los Ejemplos 1 a 4 se llevó a cabo según el método descrito aquí (véanse Ejemplos en la p. 25, línea 28, "(i) Método para evaluar la actividad antimicrobiana después de 24 horas"). Los resultados de la actividad antimicrobiana de los materiales antimicrobianos granulares de los Ejemplos Ref A y de los Ejemplos 1 a 4 se presentan en la Tabla 5 (Ejemplos 6 a 10).

Tabla 5: Resultados de la actividad antimicrobiana de los materiales antimicrobianos granulares de los Ejemplos Ref A y de los Ejemplos 1 a 4.

Disolución de blanco o material granular		Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10
		Cepa ATCC de <i>E. coli</i>				Cepa ATCC de <i>Staphylococcus Aureus</i>
		cfu/ml	cfu/ml	cfu/ml	cfu/ml	cfu/ml
Disolución de blanco	Blanco A <sup>1</sup>	6900	7000	7200	8900	
	Blanco B <sup>2</sup>	-----	-----	-----	-----	7000
Material granular	Ref. A	6900	7000	7200	8900	7000
	Ejemplo 1	0	-----	-----	-----	-----
	Ejemplo 2	-----	0	-----	-----	0
	Ejemplo 3	-----	-----	0	-----	-----
	Ejemplo 4	-----	-----	-----	0	-----

<sup>1</sup>Blanco A: una disolución sin ningún material granular pero con la misma cantidad de la cepa ATCC de *E.coli*

<sup>2</sup>Blanco B: una disolución sin ningún material granular pero con la misma cantidad de la cepa ATCC de *Staphylococcus aureus*.

A partir de los datos presentados en la Tabla 5, parece claro que los materiales granulares de la presente invención presentan actividad antimicrobiana, puesto que todas las bacterias de *E. coli* y *Staphylococcus aureus* fueron exterminadas después de exponerlas durante 24 horas a los materiales granulares de los Ejemplos 1 a 4, respectivamente.

**Ejemplo 11: Evaluación de la actividad antimicrobiana prolongada de los materiales granulares de los Ejemplos Ref A y Ejemplo 1**

La evaluación de la actividad antimicrobiana prolongada de los materiales granulares de los Ejemplos Ref A y Ejemplo 1 se llevó a cabo según el método descrito aquí (véanse Ejemplos en p.26, línea 5, "(ii) Método para evaluar actividad antimicrobiana prolongada"). En la Tabla 6 se muestran los resultados (cfu/ml frente al tiempo) hasta 3 meses.

Tabla 6: Resultados de actividad antimicrobiana prolongada de los materiales granulares de los Ejemplos Ref A y del Ejemplo 1.

Tiempo (días)	Disolución de blanco o material granular		Cepa ATCC de <i>E. coli</i>
			cfu/ml
30	Disolución de blanco	Blanco*	9100
	Material granular	Ref. A	9100
		Ejemplo 1	0
60	Disolución de blanco	Blanco	8900
	Material granular	Ref. A	8900
		Ejemplo 1	0
90	Disolución de blanco	Blanco	9050
	Material granular	Ref. A	9050
		Ejemplo 1	0

\*Blanco: Una disolución sin ningún material antimicrobiano pero con la misma cantidad de cepa ATCC de *E. coli*

A partir de los datos presentados en la Tabla 6, parece claro que los materiales granulares de la presente invención proporcionan actividad antimicrobiana prolongada, puesto que todas las bacterias de *E. coli* fueron exterminadas después de exponerlas al material granular del Ejemplo 1.

El color de los gránulos del material del Ejemplo 1 después de 90 días todavía era amarillo, no presentando ninguna desviación visualmente inspeccionable del tono amarillo de las partículas recientemente preparadas.

### Ejemplos 12-13: Evaluación de la facilidad de limpieza y/o de la autolimpieza del material granular de los Ejemplos Comp A y Ejemplo 1

#### Ejemplo 12

Un matraz Erlenmeyer se cargó con material granular de Comp A (5 gramos) y 1000 ml de agua del grifo. El matraz Erlenmeyer se colocó en un agitador automático, y después el conjunto se colocó en una repisa de ventana, de manera que el matraz se expusiese a la luz solar directa. Durante todo el tiempo del experimento, el matraz se sometió a una agitación suave y continua a 10 rpm. El matraz se inspeccionó en busca de signos de algas después de un periodo de tiempo de dos semanas y un mes. Después de dos semanas, hubo signos de algas en las placas del material antimicrobiano de Comp A. Después de un mes, las algas habían cubierto la mayor parte de la superficie de las placas del material antimicrobiano de Comp A.

#### Ejemplo 13

Un matraz Erlenmeyer se cargó con material granular del Ejemplo 1 (5 gramos) y 1000 ml de agua del grifo. El matraz Erlenmeyer se colocó en un agitador automático, y después el conjunto se colocó en una repisa de ventana, de manera que el matraz se expusiese a la luz solar directa. Durante todo el experimento, el matraz se sometió a agitación suave y continua a 10 rpm. El matraz se inspeccionó en busca de signos de algas después de un periodo de tiempo de dos semanas y un mes. Después de dos semanas, no hubo algas en los gránulos similares a varillas del material antimicrobiano del Ejemplo 1. Incluso después de un mes, las algas no cubrieron la superficie de los gránulos del material antimicrobiano del Ejemplo 1.

Al comparar los resultados de los Ejemplos 12 y 13, parece claro que el material granular del Ejemplo 1, que consiste en gránulos similares a varillas con una relación de aspecto R de 1,75, mostró una mejor propiedad de facilidad de limpieza y de autolimpieza con respecto al material antimicrobiano de Comp A, que consiste en placas con una relación de aspecto R de 20,00.

**REIVINDICACIONES**

1. Un material antimicrobiano que consiste en partículas que comprenden un agente antimicrobiano (A) y un vehículo (B), caracterizado porque:
  - a. el material antimicrobiano es un material granular;
  - 5 b. al menos 90% p/p de las partículas tienen un tamaño de partículas en el intervalo de 1,0 mm hasta e incluyendo 8,0 mm, medidas según el método DIN 66165-1/-2;
  - c. al menos 90% p/p de las partículas tienen una relación de aspecto R igual o menor que 8;
  - d. el agente antimicrobiano (A) comprende nanopartículas de plata elemental, nanopartículas de plata elemental las cuales se mezclan en el vehículo (B);
  - 10 e. el agente antimicrobiano (A) está presente en una cantidad en el intervalo de 0,001% p/p hasta e incluyendo 2% p/p en el material antimicrobiano;
  - f. el vehículo (B) comprende una poliamida;
  - g. el vehículo (B) está presente en una cantidad en el intervalo de 98% p/p hasta e incluyendo 99,999% p/p en el material antimicrobiano.
- 15 2. Un material según la reivindicación 1, en el que al menos 90% p/p de las partículas tienen un ángulo de fricción bajo el agua igual o menor que 30°.
3. Un material según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que las nanopartículas tienen un tamaño medio de partículas igual o menor que 100 nm y un % de grado de asociación menor que 50%.
- 20 4. Un material según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el tamaño de partículas del material granular está en el intervalo de 1,5 mm hasta e incluyendo 5,0 mm, la relación de aspecto R está en el intervalo de 1,0 hasta e incluyendo 6,0, las partículas tienen un ángulo de fricción bajo el agua en el intervalo de 2 hasta e incluyendo 28°, la cantidad del agente antimicrobiano (A) está en el intervalo de 0,001% p/p hasta e incluyendo 1,8% p/p en el material antimicrobiano, y la cantidad del vehículo (B) está en el intervalo de 98,2% p/p hasta e incluyendo 99,999% p/p en el material antimicrobiano.
- 25 5. Un material según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que la poliamida se selecciona del grupo que consisten en nailon-6, nailon-6,6, nailon-4,6, y mezclas de los mismos.
- 30 6. Un método para la preparación de un material antimicrobiano granular según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, que comprende las siguientes etapas:
  - a. mezclar en seco una poliamida con un compuesto químico que comprende plata como catión, formando de ese modo una premezcla;
  - 30 b. amasar y calentar la premezcla durante un tiempo y a una temperatura que son:
    - i) adecuados para hacer que la poliamida fluya sin descomponerla;
    - ii) adecuados para descomponer el compuesto químico.
  - c. extruir, enfriar y cortar;
  - d. recoger los gránulos con un tamaño de partículas menor que 8 mm y mayor que 1 mm.
- 35 7. Un artículo que comprende un material antimicrobiano granular según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, y un cuerpo envolvente que contiene el material granular.
8. Un artículo según la reivindicación 7, en el que el cuerpo envolvente es un recipiente.
- 40 9. Un artículo según la reivindicación 7, en el que el cuerpo envolvente es un cuerpo envolvente poroso permeable al agua, cuerpo envolvente poroso permeable al agua que tiene poros con un diámetro para impedir que el material antimicrobiano granular se salga del cuerpo envolvente poroso permeable al agua.
10. Un dispositivo que consiste en un conjunto de partes, que comprende una parte que contiene un artículo según la reivindicación 9 o un material antimicrobiano granular según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5.
11. Uso de:
  - a) un material antimicrobiano granular según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5; o

b) un artículo según una cualquiera de las reivindicaciones 7-9; o

c) un dispositivo según la reivindicación 10,

para el tratamiento de agua, y en particular para el tratamiento de agua potable.

5 12. Uso de un material antimicrobiano granular según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, para aplicaciones antimicrobianas, en el que el material antimicrobiano granular se usa en una cantidad y en un formato que permite que el material antimicrobiano granular muestre su actividad antimicrobiana.