

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 465 093**

51 Int. Cl.:

A01N 25/26 (2006.01)
A01N 33/12 (2006.01)
A01P 1/00 (2006.01)
D06M 16/00 (2006.01)
C12G 1/02 (2006.01)
C02F 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.09.2010 E 10765513 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.03.2014 EP 2493294**

54 Título: **Procedimiento de obtención de polvos insolubles en agua que presentan una actividad antimicrobiana, los polvos así obtenidos, y su aplicación antibacteriana**

30 Prioridad:

27.10.2009 FR 0905162

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

05.06.2014

73 Titular/es:

**POLY-BIO (100.0%)
45 Bd de Montmorency
75016 Paris, FR**

72 Inventor/es:

DE LA BRUNIERE, PATRICK

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 465 093 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

Procedimiento de obtención de polvos insolubles en agua que presentan una actividad antimicrobiana, los polvos así obtenidos, y su aplicación antibacteriana.

5 La invención tiene por objeto un procedimiento de obtención de polvos insolubles en el agua y que presentan una actividad antimicrobiana sobre las cuales se adhieren sales de amonio cuaternarias. Se relaciona igualmente con los polvos así obtenidos y con su utilización tanto como agentes antibacterianos.

10 Las sales de amonio cuaternarias son conocidas por poseer un poder destructor frente a numerosas bacterias o virus. Así, la solicitud de la patente japonesa no examinada publicada bajo el No. 7-089907 a nombre de Osaka Pharmaceutical Co. Ltd. Indica que el cloruro de didecil dimetil amonio es un agente antimicrobiano que ejerce una acción desinfectante, una fuerte acción bactericida con un largo espectro antibiótico.

De hecho, las dichas moléculas son ampliamente utilizadas en formulaciones destinadas para la higiene en el hábitat en medio hospitalario u otro.

15 Clásicamente las sales de amonio cuaternarias, que son solubles en agua, son utilizadas en las aplicaciones antimicrobianas bajo forma líquida. Estas soluciones para ser eficaces deben ser utilizadas en una cierta concentración, y como las sales de amonio cuaternarias no se fijan en soportes sólidos, después de la utilización, se reencuentran en la fase acuosa tratada o son eliminadas y pueden de hecho crear una polución durable.

La preparación de agentes antimicrobianos que comprenden cloruro de didecil dimetil amonio solidificado es difícil, teniendo en cuenta las propiedades de este producto. También hemos tratado de fijar las sales de amonio cuaternarias sobre soportes para poder recuperarlos más fácilmente después de la utilización.

20 La solicitud de la patente japonesa precitada tiene por objeto un producto pulverulento o pastoso que comprende una tasa elevada de cloruro de didecil dimetil amonio, obtenido por mezcla de cloruro de didecil dimetil amonio y de un fosfato de metal alcalino, secado a 100-130°C. Esta patente describe un procedimiento de solidificación en la cual la totalidad de la mezcla que contiene el cloruro de didecil dimetil amonio está solidificada. Describe igualmente un procedimiento de producción de una formulación sólida que contiene al menos 40% de cloruro de didecil dimetil amonio.

25 La solicitud de la patente japonesa publicada bajo el número 2003-160412 a nombre de Asahi Denka Kogyo KK describe un polvo biodegradable antibacteriano obtenido por la impregnación de un polvo que consiste preferiblemente en gel de sílice, zeolita o carbón activado con una de sal de amonio cuaternaria que comprende al menos un grupo éster y que comprende particularmente otros 3 radicales alquilo C₁ a C₄. La sal de amonio cuaternaria tomada en consideración en esta solicitud de patente es un éster, el átomo de nitrógeno cuaternario que comprende un sustituyente éster de fórmula [(C₂₋₄ alquilenilo)-O]_{1,5}-CO alquilo o [(C₂₋₄ alquilenilo)-O]_{1,5}-CO-alquilenilo. Esta solicitud se relaciona con la obtención de formas de liberación prolongada, resistentes al calor y que comprenden un agente antimicrobiano diferente de una sal de tetra alquil amonio y particularmente diferente del cloruro de didecil dimetil amonio.

35 La patente FR 2891545 a nombre de La Brunière describe polvos de poliamida sobre los cuales, por intermedio de un diisocianato, se fijan químicamente amonios cuaternarios utilizando los grupos -NH- de cadenas poliamídicas. El campo de aplicación de esta patente se limita a las poliamidas y a las moléculas de amonio cuaternario que poseen un grupo funcional -OH o -NH₂, por ejemplo, susceptible de reaccionar con un isocianato.

40 La patente EP 0952168A de Industrias Toray describe un procedimiento de obtención de un copolímero injertado formado por polimerización con injerto de unidades estructurales que contienen grupos de amonio cuaternarios y la presencia de un sustituyente que consiste en iones halógenos, sulfatos, hidróxidos de sodio y ácidos carboxílicos. Esta técnica necesita la utilización de un monómero que comprende un átomo de halógeno y se encuentra limitado más generalmente al injerto sobre polímeros termoplásticos.

45 La WO2008/122698 A1 se relaciona con la preparación de un polvo de poliamida biocida constituido por partículas porosas que portan un biocida sobre su superficie y caracterizados porque el biocida no migra hacia el medio que se va a desinfectar. Este efecto es alcanzado por el injerto de los grupos de amonio cuaternario sobre el polímero que constituye las partículas.

50 El problema que se propone resolver la invención es disponer de un material pulverulento insoluble que contiene un polvo fácilmente disponible en el comercio cuyo material atrae por vías físicas las bacterias y las fija de una parte y de otra parte presenta propiedades antibacterianas que conducen a la destrucción de las bacterias. La invención se propone igualmente resolver los problemas que reencuentran los portadores de máscaras que comprenden filtros cuyos materiales antibacterianos que entran en su composición, son arrastrados hacia las vías respiratorias del portador de la máscara y provocan molestias respiratorias.

Ninguno de los materiales conocidos permite realizar este objetivo, a saber obtener un tal polvo por un tal procedimiento, ni de otro lado permite obtener los resultados sorprendentes e inesperados que el polvo según la invención permite obtener.

5 La invención tiene por objeto un procedimiento de preparación de polvos insolubles en agua, que presentan una actividad antibacteriana, sobre la superficie de las cuales se adhieren las sales de amonio cuaternarias, comprendiendo este procedimiento las siguientes etapas:

- impregnación o molienda de un polvo de base que presenta una granulometría comprendida entre 5 μ y 500 μ con una solución de una sal de amonio cuaternaria soluble cuyos sustituyentes son derivados alquilo C₁-C₁₅,

10 - tratamiento del polvo así impregnado por una solución salina de un ácido cuya molécula es un derivado de fosfato cuyo peso molecular es superior a 100,

- secado del polvo.

Según un modo de realización del procedimiento de la invención, el polvo de la sal de amonio cuaternaria bajo la forma de cloruro con respecto al polvo de base utilizado es de 0,2 a 5% del peso del dicho polvo.

Según otro modo de realización del proceso de la invención, el polvo de base es un polvo inorgánico.

15 Según aún un modo de realización del procedimiento de la invención, el polvo inorgánico consiste en uno de los productos de la lista siguiente: sílice, silicatos naturales o sintéticos, carbonatos insolubles o naturales o sintéticos, fosfatos tricálcicos.

Según aún otro modo de realización del procedimiento de la invención, el polvo inorgánico consiste en tierras de infusión, tales como Kieselghur o Celite.

20 Según otro modo de realización del procedimiento de la invención, el polvo de base consiste en polímeros termoplásticos o termoendurecibles. Estos polímeros pueden ser obtenidos bajo forma de polvos ya sea por trituración o sea por polimerización.

25 Según aún otro modo de realización del procedimiento de la invención, los polímeros termoplásticos o termoendurecibles consisten en productos que pertenecen a la lista que comprenden las poliamidas, poliolefinas, poliestirenos, poliacrilatos.

Según otro modo aún de realización del procedimiento de la invención, el amonio cuaternario utilizado es una sal de didecil dimetil amonio.

Según una forma de ejecución del procedimiento de la invención, la solución salina utilizada es un polifosfato, un tripolifosfato o un pirofosfato.

30 Variantes de este procedimiento pueden ser utilizadas como lo muestran los ejemplos que siguen, en particular, impregnación y reacción pueden tener lugar simultáneamente. Un tratamiento complementario consiste en eliminar por lavado la sal, en general del cloruro o del bromuro de sodio formado en el curso de la reacción.

La presente invención tiene igualmente por objeto los polvos que resultan de la utilización de este procedimiento.

35 Según una forma de realización de estos polvos, estos consisten en polvos en la superficie de los cuales se adhieren las moléculas de pirofosfato, polifosfato o tripolifosfatos de didecil dimetil amonio y que presentan una granulometría comprendida entre 5 μ y 500 μ .

Según otra forma de realización de estos polvos, estos son formados de polvos de base formados de materias inorgánicas o de polímeros termoplásticos o termoendurecibles.

40 Estos polvos de base pueden estar constituidos de materiales inorgánicos, tales como, por ejemplo, sílice, silicatos naturales o sintéticos, tierras de infusorios tales como Kieselghur o Celite, carbonatos insoluble naturales o sintéticos, fosfatos tricálcicos, preferiblemente Kieselghur, sin que esta lista sea limitativa.

Pueden igualmente estar constituidos de polímeros tales como: poliamidas, poliolefinas, poliacrilatos, policarbonatos, poliestirenos, termoplásticos o termoendurecibles, preferiblemente poliamidas, sin que esta lista sea limitativa.

45 La presente invención tiene igualmente por objeto la utilización de polvos según la invención en estas aplicaciones antibacterianas que necesitan una acción desinfectante, una fuerte acción bactericida y un amplio espectro antibiótico.

La presente invención tiene además por objeto materiales textiles sobre los cuales están fijados por cualquier técnica conveniente, por ejemplo por calandraje con calor, los polvos según la invención.

5 Estos materiales textiles pueden servir como numerosas aplicaciones en el campo hospitalario: máscaras respiratorias, salas de operación, blusas. En la vida cotidiana, máscaras y vestidos de protección, ropa interior, pueden estar formados de estos materiales textiles tratados. Estos textiles o no textiles impregnados de los dichos polvos pueden servir en la fabricación de filtros destinados para la purificación de aire o de medio acuoso.

10 Es particularmente ventajoso utilizar los materiales textiles así obtenidos para la fabricación de textiles hospitalarios, particularmente máscaras hospitalarias. En efecto, el empleo de máscaras que, en el material de los cuales están formados, comprenden sales de amonio cuaternarias no fijadas, provocan debido al vapor de agua contenido en el flujo respiratorio el arrastre de sales de amonio cuaternarias y por lo tanto dificultades respiratorias al portador de la máscara que inhale estas sales.

15 Para obtener tejidos o no tejidos antibacterianos, no sería eficaz impregnar los dichos tejidos o no tejidos con una solución de una sal de amonio cuaternaria del comercio, tal como el cloruro de didecil dimetil amonio, y secarlos. En efecto, la propiedad antibacteriana desaparecería por arrastre al primer lavado y, en el caso de las máscaras respiratorias, el medio ambiente o el de la respiración disolverían la sal de amonio cuaternaria, que podría entonces ser arrastrada bajo forma aerosol, y el riesgo de ser inhalada.

Además el hecho de que la sal de amonio cuaternaria se adhiera al polvo y debido al carácter no soluble del dicho polvo, los polvos retienen en su superficie las sales de amonio cuaternaria y estas sales de amonio cuaternarias no pueden por lo tanto, reencontrarse en el ambiente.

20 Estos polvos pueden igualmente servir para filtrar los medios acuosos para disminuir o destruir las poblaciones microbianas.

25 El peso de sal de amonio cuaternaria bajo la forma de cloruro con respecto al polvo de base utilizado es, preferiblemente, de 0,2 a 5% del peso del dicho polvo, y, para este contenido, el polvo final obtenido, objeto de la invención, conserva la misma granulometría y la misma insolubilidad que el polvo inicial. En efecto las sales de amonio cuaternaria resultante de la reacción entre el cloruro de amonio cuaternario y el derivado de fosfato consisten en sales de pirofosfato, polifosfatos o tripolifosfatos de didecil dimetil amonio.

Los polvos utilizados según la invención son de granulometría, preferiblemente de 5 a 500 micrones.

30 Se constata que este procedimiento conduce a la obtención, en la superficie del polvo empleado, de una película adherente e insoluble en el agua. Esta película, teniendo en cuenta la baja cantidad de sal de amonio cuaternaria puesta en juego, preferiblemente de 0,5 a 5% en peso de polvo, no cambia ni el aspecto ni las características físicas del dicho polvo, granulometría, porosidad y superficie específica en particular.

El modo de acción de los polvos según la invención combina el poder de retención de bacterias de polvos de base utilizados para la fabricación con el poder bactericida de la sal de amonio cuaternaria insoluble, tal como polifosfato tripolifosfato o pirofosfato de amonio cuaternario, que se adhiere a la superficie del polvo según la invención.

35 De hecho los polvos de base utilizados, en particular los polvos de poliamidas tipo BIONYL® de POLY-BIO tienen, sin tratamiento particular, un poder de retención de bacterias que puede alcanzar 10^9 UFC por gramo de polvo. Este fenómeno se explica por la estructura de los granos de este tipo de polvo, que poseen múltiples poros de dimensión media igual a 1 micrón propicios para la captación de bacterias. En consecuencia, estos polvos de granulometría 5 a 50 micrones, tienen una densidad aparente baja, de 0,3 a 0,45 g/ml, y una superficie específica de 5 m^2 a $15 \text{ m}^2/\text{g}$.

40 Las bacterias fijadas en los polvos de base permanecen vivas. Cuando, sobre este tipo de polvo de base, se fija en superficie un pirofosfato, tripolifosfato o polifosfato de amonio cuaternario, por ejemplo, incluso en una dosis muy baja, el polvo obtenido, según la invención, conserva su poder de atracción bacterias, pero estas son entonces destruidas al contacto con la superficie del polvo.

45 Este modo de acción es totalmente diferente al de las sales de amonio cuaternarias solubles utilizadas en solución acuosa, pues, en este caso, la destrucción de bacterias resulta principalmente del movimiento Browniano.

Es perfectamente sorprendente e inesperado obtener como lo permite la invención, que el empleo de tan bajas cantidades de sales de amonio cuaternarias pueda conducir a los resultados y ventajas a las que conduce la presente invención.

50 Además, para que esto se relacione con los materiales textiles, debido a que el dicho polvo es insoluble en el agua, su actividad antibacteriana se mantiene en el transcurso de filtraciones y dispersiones sucesivas en fases acuosas contaminadas. Es por lo tanto posible utilizar este tipo de polvos para la descontaminación del agua por filtración sin dejar trazas de sal de amonio cuaternaria en el agua tratada y no utilizando más que cantidades de amonio

5 cuaternaria sin común medida con las que debería haberse utilizado si esta agua misma agua hubiera sido tratada directamente por esta misma sal de amonio cuaternaria en solución. Este resultado sorprendente e inesperado confirma el lado innovador de los polvos según la invención. Además como esto se muestra más abajo, los materiales textiles así tratados conservan sus propiedades antibacterianas después de un cierto número de lavados lo que permite un empleo de larga duración de los artículos formados de estos materiales textiles.

Una característica esencial de la invención es la actividad antibacteriana excepcional de los polvos obtenidos. En efecto, para explicitar este fenómeno, se mide, en el mismo inóculo del cual se ha determinado la concentración bacteriana en UFC/ml, la actividad antibacteriana.

10 De una parte, para un polvo según la invención disperso en este inóculo con una dosis fija de x gramos para 100 ml del dicho inóculo por ejemplo, estos x gramos que contienen una cantidad de amonio cuaternaria fija al momento de la fabricación del dicho polvo de y gramos (siendo y del orden de 0,2% a 5% de x).

Las pruebas han demostrado que la dispersión del polvo según la invención es al menos dos veces más activo que en el caso del empleo del amonio cuaternario en solución.

15 Otros objetos y ventajas de la presente invención aparecerán con la lectura de los ejemplos siguientes dados a título no limitativos.

EJEMPLO No.1

Materias primas:

ARQUAD® 210-50	250 ml
BIONYL® 650	10 kg
Tripolifosfato de sodio	64 g
Agua	27 Litros

ARQUAD® 210-50 es el cloruro de didecil dimetil amonio fabricado por AKZO NOBEL.

20 BIONYL® 650 es un polvo de poliamida 6 de granulometría 50 µ de proveniencia POLY-BIO. Por gramo de polvo, la superficie específica es de 5 m².

Modo de operación:

- en un reactor se agita, se dispersa a temperatura ordinaria los 10 kg de BIONYL® 650 en 27 litros de agua,
- se agrega progresivamente los 250 ml de ARQUAD® 210-50 agitando 10 minutos aproximadamente para homogeneizar,
- 25 - se agrega sin cesar de agitar una solución de 64 g de polifosfato de sodio en 3 litros de agua,
- calentar a 80°C y agitar 30 minutos aproximadamente,
- eliminar el agua restante, eventualmente bajo vacío, y llevar a 100°C hasta la obtención de un polvo seco fluido.

El control del polvo obtenido muestra que la granulometría y la superficie específica de la poliamida han quedado idénticos.

30 Prueba de actividad del polvo obtenido:

7,2 g de este polvo seco que contienen 1,1% de didecil dimetil amonio se introducen en 100 ml de un inóculo que contiene 10⁹ UFC de *Escherichia coli* por ml y se dispersa por agitación.

Los siguientes resultados han sido obtenidos:

Después de

5 min de agitación	10 ⁶ UFC/ml
10 min " "	10 ² UFC/ml
20 min " "	0 UFC/ml

EJEMPLO No. 2

Materias primas:

ARQUAD® 210-50	25 ml
BIONYL® 615	1 kg
Tripolifosfato de sodio	6,4 g
Agua	2,7 litros

5 El BIONYL® 615 es un polvo de poliamida 6 con fuerte porosidad de granulometría de 15 micrones que presenta una superficie específica de 12 m²/g, fabricado por la sociedad POLY-BIO.

El modo de operación es idéntico al del Ejemplo No.1.

El polvo obtenido tiene el objeto de una prueba de actividad bactericida según la norma UNE-EN 1040 en la bacteria *Staphylococcus aureus*.

A la concentración de 0,05% del polvo en el inóculo probado, la reducción bacteriana es superior a 5 log.

10 Teniendo en cuenta el contenido en amonio cuaternario de este polvo, este corresponde a 6 ppm aproximadamente de ARQUAD® 210-50.

Para obtener el mismo resultado, AKZO NOBEL (Guía de línea de formulación en ARQUAD 2,10-50) recomendado para este cloruro de amonio cuaternario en solución acuosa una concentración de 12 a 16 ppm.

EJEMPLO No. 3

15 No tejido impregnado de polvo:

Materias primas:

BIONYL® 650 tratado según el ejemplo No. 1

No tejido de 30 g/m² aproximadamente compuesto de fibras de olipropileno con 70% y fibras de polietileno al 30%.

20 Se utiliza la técnica de espolvoreamiento luego de la fijación del polvo sobre el no tejido puesto a punto por la Sociedad FIBROLINE según la cual el polvo se fija por fusión superficial de la fibra a una temperatura muy inferior a la temperatura de fusión de la poliamida por calandraje a una temperatura de 120°C.

Dos gramajes de polvo se han producido, a saber:

de 20 g/m² de polvo

de 40 g/m² de polvo

25 Los no tejidos impregnados obtenidos son probados según la norma JIS L 1902 utilizada para controlar la actividad antibacteriana en materiales textiles.

Para pasar esta norma, el coeficiente utilizado debe ser superior a cero.

El coeficiente obtenido para el no tejido a 20 g/m² es de 0,023 y de 1,3 para 40 g/m².

Las bacterias probadas son: *S. aureus*, *E. coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Kiebsiella pneumoniae*.

5 Esto hace posible la utilización de estos no tejidos en medios hospitalarios. En efecto la posibilidad de someter los artículos formados de este tipo de materiales a varias lavadas sin que pierdan sus propiedades antibacterianas y desde el punto de vista económico particularmente interesante. Además, el hecho de que las sales de amonio fijadas sobre estos materiales textiles sean insolubles, hace que los artículos formados de estos materiales textiles sean particularmente ventajoso para, entre otros, la fabricación de máscaras, particularmente máscaras hospitalarias. La insolubilidad de los polvos empleados impide su solubilización en los flujos respiratorios y ocasiona dificultades respiratorias a las personas que las portan.

EJEMPLO No. 4

Materias primas:

10 BIONYL® 650 + Agua + BARDAC® 22 solución a 50% + Polifosfato de sodio.

El BARDAC® 22 de proveniencia LONZA es una molécula que comprende un cloruro de amonio cuaternario consiste en cloruro de didecil dimetil amonio cuaternario activo a 50%. Este producto es soluble en agua.

En un balón de un litro, se introducen 100 g de BIONYL® 650 y aproximadamente 200 ml de agua.

15 Se agita para humedecer bien. Se agregan 2,5 g de BARDAC® 22 bajo agitación. Sin cesar de agitar, se introduce en el mismo balón una solución formada de 0,64 g de polifosfato de sodio en 50 ml de agua. El balón se coloca en rotavapor para evaporar la totalidad del agua en 1 hora aproximadamente.

El polvo final obtenido se prueba desde el punto de vista de su capacidad antibactericida. Para hacer esto, se utiliza un inóculo proveniente de aguas usadas que comprenden 10^5 UFC/ml.

20 El polvo es inicialmente lavado cinco veces por mezcla al 10% en el agua destilada y sometido a las filtraciones sucesivas. El polvo lavado se introduce en el inóculo al 10% en peso. Después de dos minutos de agitación, la desaparición de las bacterias es total.

EJEMPLO No. 5

Materias primas:

BIONYL® 608, agua, BARDAC® 22, Polifosfato de sodio.

25 El BIONYL® 608 es un polvo de poliamidas 6 de granulometrías 8 micrones de proveniencia POLY-BIO. Su porosidad elevada le confiere un poder de retención bacteriano importante.

A título de ejemplo, se coloca en dispersión al 10% en peso en un inóculo de E. coli a 10^8 UFC/ml, este polvo absorbe aproximadamente 10^9 bacterias por gr de polvo.

El polvo obtenido es referenciado BIONYL® 608 F1P1.

30 40 g de polvo de BIONYL® 608 F1P1 se lavó cinco veces cada vez con 400 ml de agua durante dos horas a temperatura ambiente. Entre dos humedecimientos, el polvo se secó y filtró cada vez.

Tiempos de contacto	Colonias presentes (gérmenes /l)	Reducción en log
Testigo inoculado	10^5 a 10^6 gérmenes/litro	
No lavado	0	6
1er lavado	0	6
2do lavado	0	6
3er lavado	0	6

(continuación)

Tiempos de contacto	Colonias presentes (gérmenes /l)	Reducción en log
4to lavado	10	5
5to lavado	10	5

Se constata que después de tres lavados la actividad del polvo según la invención no ha variado y que incluso después de 5 lavados la disminución de la actividad no es más que de 1 log.

5 EJEMPLO No. 6

Materias primas:

Sílice de WR GRACE SP 537-11092, agua, BARDAC® 22, tripolifosfato de sodio.

La sílice utilizada es un polvo de granulometría de 100 a 200 micrones.

En un balón de un litro, se introducen 100 g de sílice, 200 ml de agua y 2,5 g de BARDAC® 22.

- 10 Por agitación, se obtiene un tipo de pasta a la cual se agrega una solución de 0,64 g de tripolifosfato de sodio en 50 ml de agua. Se agita 10 minutos y se coloca el contenido del balón al rotavapor. Después del secado, es necesario desmoronar para obtener de nuevo un polvo homogéneo.

El polvo final obtenido es referenciado BIOSIL F1P1.

- 15 Siguiendo el mismo modo de operación pero utilizando el polifosfato de sodio se obtiene un polvo referenciado BIOSIL F1P2.

Bajo el inóculo precedente y en las mismas condiciones, la reducción bacteriana es total en 10 minutos, lo que sea con el BIOSIL F1P1 o con el BIOSIL F1P2.

EJEMPLO No.7

Control de vinificación

- 20 El control de vinificación se hace sobre un jugo de vino de Champagne de Cramant obtenido por presurización sobre un filtro de placas. El jugo es límpido y rico en azúcares. Este jugo es normalmente tratado con sulfito de potasio para seleccionar el medio de fermentación.

- 25 Una muestra de jugo antes del sulfitado y antes de la fermentación alcohólica, es prelavado, referenciado E1. Dos muestras E2 y E3 son prelavadas con una hora de intervalo al fin de la fermentación alcohólica. La muestra E2 se colocó en contacto con 5% de BIONYL 608 F1P1 y la muestra E3 con 5% de BIONYL 650 F1P1. Las muestras son agitadas para permitir mantener en suspensión el polvo. La tabla siguiente resume los resultados obtenidos. Las cifras indicadas son en UFC/ml.

Referencia	Bacterias	Levaduras	Moldes
E1	10 ³	10 ⁵	0
E1 BIONYL 608 F1P1	0	10 ³	0
E2	0	10 ⁵	0
E2 BIONYL 608 F1P1	0	10 ³	0
E3	10 ³	10 ⁵	Importante
E3 BIONYL 650 F1P1	10 ³	0	0

Las medidas se efectuaron con los cultivos de inmersión MERCK. El BIONYL 608 F1P1 mostró su eficacia para controlar la población fermentada antes de la fermentación alcohólica, lo que es necesario para todos los tipos de vino para impedir la fermentación maloláctica no deseada para los vinos blancos y las champañas. El BIONYL 608 F1P1 puede por lo tanto sustituirse ventajosamente al tratamiento bisulfito clásico.

5 EJEMPLO No. 8

Materias primas

CELITA 650, agua, BARDAC 22, tripolifosfato de sodio.

La CELITA 650 es una tierra de infusorios de la misma naturaleza que es KIESELGUHR, que presenta una granulometría de 100 micrones aproximadamente.

10 Modo de operación:

En un reactor con agitación se introducen 10 kg de polvo de CELITA 650 y 25 litros de agua.

Se agita para humedecer bien el polvo y se agrega sin cesar de agitar 1,05 kg de BARDAC 22.

Una vez obtenida la homogeneización, se agrega en la masa agitada una solución formada de 252 g de polifosfato en 61 de agua.

15 En el curso de esta operación, la fase oleosa que se forma, poco a poco, es absorbida por polvo Celite. Cuando el medio es de nuevo homogeneizado, se coloca en rotavapor para eliminar el agua en agitación.

El polvo obtenido es denomina BIOSIL 650 F1P1.

Control de actividad del BIOSIL 650 F1P1:

20 10 g de BIOSIL 650 F1P1 se dispersan y agitan en 100 ml de un inóculo cuya carga y bacterias es expresada en UFC/ml.

Se efectúa esta misma prueba bajo el BIONYL 608 preparado en el EJEMPLO 5. La relación ponderal de amonio cuaternario es de 1% en el caso de BIONYL 608 F1P1 y de 4% en el caso de IONYL 608 F1P1, por lo cual 4 veces superior.

La tabla más abajo resume los resultados obtenidos:

Referencia	Bacterias en UFC/ml	Reducción bacteriana en Log
Inóculo inicial	10^5 a 10^6 gérmenes/litro	
BIOSIL 650 a 10 min	0	6
BIONYL 608 F1P1 a 2 min	0	6

25 Se constata que el BIONYL 608 F1P1 permite una destrucción total de gérmenes en dos minutos mientras que el BIOSYL 650 posee una carga ponderal en amonio cuaternario 4 veces más elevada necesaria para el mismo resultado 10 minutos de tratamiento. Esto pone en evidencia la capacidad importante del polvo BIONYL 608 (habiendo servido de base para la fabricación del polvo BIONYL 608 F1PA) para la absorción bacteriana.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de polvos insolubles en agua, que presentan una actividad antibacteriana, en la superficie de las cuales se adhieren sales de amonio cuaternaria, comprendiendo este procedimiento a las siguientes etapas de:
- 5 - impregnación o humedecimiento de un polvo de base que presenta una granulometría comprendida entre 5 µm y 500 µm con una solución de una sal de amonio cuaternaria soluble cuyos sustituyentes son los derivados alquilo C₁-C₁₅,
- tratamiento del polvo así impregnado por una solución salina de un ácido cuya molécula es un derivado de fosfato y que cuyo peso molecular es superior a 100
- 10 - Secado del polvo.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el peso de la sal de amonio cuaternaria bajo la forma de cloruro con respecto al polvo de base utilizado es de 0,2 a 5% del peso de dicho polvo.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** el polvo de base es un polvo inorgánico.
- 15 4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** el polvo inorgánico consiste en uno de los productos que pertenecen a la lista que comprende: sílice, silicatos naturales o sintéticos, carbonatos insolubles naturales o sintéticos, fosfatos tricálcicos, las tierras de infusorios.
5. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** el polvo de base consiste en polímeros termoplásticos o termoendurecibles.
- 20 6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** el amonio cuaternario utilizado es una sal de didecil dimetil amonio.
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** la solución salina utilizada es un polifosfato, un tripolifosfato o un pirofosfato.
8. Polvos insolubles que resultan del empleo del procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
- 25 9. Polvos según la reivindicación 8, caracterizados porque son formados de polvos de base inorgánica o polímeros en la superficie de los cuales se adhieren moléculas de didecil dimetil fosfato y que presentan una granulometría comprendida entre 5 µm y 500 µm.
10. Polvos según la reivindicación 8 o la reivindicación 9, **caracterizados porque** están constituidos de polvos inorgánicos escogidos en el grupo que comprenden sílice, silicatos naturales o sintéticos, tierras de infusorio, carbonatos insolubles naturales o sintéticos, fosfatos tricálcicos.
- 30 11. Polvos según la reivindicación 8 o la reivindicación 9, **caracterizado porque** los polvos de base utilizados están constituidos de polímeros.
12. Utilización no terapéutica de polvos insolubles en una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11, en aplicaciones antibacterianas necesitan una acción desinfectante, una fuerte acción bactericida y un amplio espectro antibiótico.
- 35 13. Utilización de los polvos insolubles según la reivindicación 12, para la descontaminación bacteriana o viral del agua o del medio acuoso contaminado o para impedir la fermentación maloláctica durante la vinificación.
14. Materiales textiles sobre los cuales se fijan los polvos insolubles obtenidos según un procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 o sobre los cuales se fijan los polvos insolubles de una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 11.
- 40 15. Utilización de materiales textiles según la reivindicación 14, para la obtención de productos destinados para fines médicos o quirúrgicos.