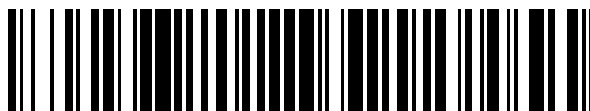


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 553 976**

51 Int. Cl.:

B01D 39/16

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.10.2011** **E 11785780 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.09.2015** **EP 2627429**

54 Título: **Filtro y método para su producción**

30 Prioridad:

11.10.2010 IT UD20100184

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

15.12.2015

73 Titular/es:

LABIO TEST S.R.L. (100.0%)
Via Pramollo 6, Frazione Grions del Torre
33040 Povoletto, IT

72 Inventor/es:

SNIDAR, RICCARDO;
POLETTI, LUCA;
POLETTI, ANTONIO;
ASCANI, FRANCESCO y
TONON, ALAN

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 553 976 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

Filtro y método para su producción

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un filtro, y al método de producción del mismo, utilizado en circuitos de aire en plantas de calefacción, ventilación y/o aire acondicionado (sistemas HVAC, o Calefacción, Ventilación y Aire Acondicionado) en zonas de interior. En particular, el filtro de acuerdo con la invención, combina una acción filtrante con una acción bactericida para sanear el aire.

La presente invención se usa en particular en hogares, en instalaciones públicas y en todo tipo de espacios públicos o privados como por ejemplo hoteles, cantinas, salas de conferencias, almacenes industriales, centros de reunión tales como cines y teatros, colegios, oficinas y otros.

15 Antecedentes de la invención

Se conocen varias plantas en el estado de la técnica para el acondicionamiento, purificación y reducción de sustancias potencialmente nocivas o malolientes presentes en el aire de un espacio cerrado o parcialmente cerrado.

En particular se conoce la fabricación de filtros de aire estándar para plantas de aire acondicionado, que consisten en un soporte de filtrado, normalmente en forma de tela, que se trata superficialmente para permitir una aplicación superficial de una composición de metales con una acción bactericida.

La principal desventaja de los filtros conocidos es que la aplicación de metales bactericidas sobre el soporte de filtrado no es estable o fiable, y que existe un riesgo real de arrastrar metales al circuito de aire y la consecuente introducción de los mismos en el espacio aéreo acondicionado o ventilado, lo que es potencialmente tóxico o en cualquier caso insalubre para el hombre.

El documento WO-A-2006/087754 divulga un sistema de filtrado de aire del tipo regenerable utilizado en una máquina de refrigeración, que tiene un elemento de filtrado formado por un lecho granular de aluminosilicatos metalizados con iones metálicos con una actividad antibacteriana y no tóxica para el cuerpo humano, tales como plata, cinc, cobre, y con tamaños de partícula de 1 micra a 50 mm. El elemento de filtrado, diseñado específicamente para el tratamiento higienizante del aire dentro de neveras, puede combinarse con un pre-filtro hecho de quitosano o una derivación funcionalizada del mismo, metalizado con uno o más de los iones metálicos antibacterianos mencionados anteriormente. Este conocido sistema de filtrado no es adecuado para sistemas HVAC porque, dada su naturaleza distintiva, es estructuralmente incompatible y además excesivamente caro. Es más, con la zeolita, micronizada sobre un soporte ligero, como los que son adecuados para los sistemas HVAC, se corre el riesgo de dispersar nanopartículas que son nocivas para la salud a lo largo del sistema aerólico, por la tensión de la ventilación forzada.

La solicitud de patente europea EP-A- 1607107 describe un dispositivo para retirar sustancias peligrosas que se utiliza como filtro de aire, y que está formado por un soporte y un anticuerpo, es decir, una proteína reactiva para una sustancia peligrosa específica. El soporte está hecho con un material fibroso que controla la humedad y puede revestirse con un agente antibacteriano, por ejemplo quitosano, sobre plata, sílice coloidal o una zeolita u otro soporte.

La solicitud JP-A-7256025 describe un filtro de aire con un efecto esterilizante que comprende un agente antibacteriano a base de plata incorporado en sílice porosa y mezclado con quitosano, que está unido a un filtro.

La solicitud de patente KR-A-10200511943 describe un filtro HEPA que comprende una tela no tejida impregnada con una sustancia antibacteriana, tal como una solución con una base de quitosano, nanopartículas de plata, agua y un ligando.

La solicitud KR-A-102005050371 describe un filtro HEPA desodorante con un elemento de filtrado basado en nanopartículas de plata, un filtro con carbones activos para retirar contaminantes y un filtro de quitosano como antibacteriano.

La solicitud GB-A-2440332 describe un método para hacer complejos de polímero-metal que prevea la formación de una combinación de polímero-ión metálico a partir de una solución salina de los metales en contacto con el polímero, y reducir los iones metálicos para obtener la combinación de polímero-metal atómico. Por una combinación de polímero-metal se debe entender un sistema geométrico regular en el que la especie metálica está en el centro de un campo cristalino y coordina los ligandos de naturaleza inorgánica y orgánica. La combinación polímero-metal así obtenida no puede usarse como material bioactivo, en el ámbito biomédico y sanitario o, dada la naturaleza extremadamente reactiva de las especies metálicas combinadas con el polímero obtenido, como catalizador en procesos químicos o bioquímicos.

La solicitud WO-A-02/15698 describe un proceso para preparar un artículo a base de metal y polímero con propiedades biocidas que, a partir de una solución de polímero y metal combinado con el polímero, o en suspensión en el polímero, prevé su reducción a un metal atómico, de manera similar a lo que se describe en el documento GB-A-2440332.

En general, por lo tanto, se han realizado esfuerzos por obtener una conexión estable entre metales y soporte de filtrado pero estos han desembocado en la producción de filtros no estándar para el sector en cuestión; o filtros que, una vez insertados en el circuito de una máquina aerólica no son capaces de mantener una eficiencia, una predominancia y un suministro constantes, y en general, los parámetros de funcionamiento que requiere la ley para tales máquinas. Por ejemplo, un pre-filtro corrugado normalmente tiene una caída de presión de menos de 5,0 mm (H₂O) aproximadamente, mientras que un pre-filtro de bolsas totalmente rígido normalmente tiene una caída de presión de menos de 3,5 mm (H₂O) aproximadamente.

El propósito de la presente invención es producir un filtro, y un método perfecto para producirlo, que tenga eficiencia de filtrado, eficiencia bactericida y a la vez mantenga invariables los parámetros de funcionamiento de la máquina aerólica en la que está insertado, de acuerdo con las normas típicas requeridas en el sector.

El solicitante ha ideado, sometido a pruebas y realizado la presente invención para superar los inconvenientes del estado de la técnica y obtener estos y otros objetivos y ventajas.

A no ser que se defina lo contrario, todos los términos técnicos y científicos que se usan en este documento y en adelante tienen el mismo significado que el que entendería comúnmente una persona con conocimientos medios en el sector al que pertenece la presente invención. Incluso si se usan métodos y materiales similares o equivalentes a los descritos en este documento pueden usarse en la práctica o en pruebas de verificación, los métodos y materiales de la presente invención se describen de aquí en adelante a modo de ejemplo. En caso de conflicto, la presente solicitud deberá prevalecer, incluyendo las definiciones. Los materiales, métodos y ejemplos tienen meramente un carácter ilustrativo y no deberán entenderse de manera restrictiva.

Sumario de la invención

La presente invención se expone y caracteriza en las reivindicaciones independientes, mientras que las reivindicaciones dependientes describen otras características de la invención o variantes de la idea inventiva principal.

De conformidad con los propósitos anteriores, un filtro para plantas de aire acondicionado, ventilación, control del aire, calefacción y purificación del aire, de acuerdo con la presente invención comprende un soporte de filtrado con el que están asociados establemente uno o más metales en forma iónica que tienen una acción bactericida, seleccionados de un grupo que comprende metales nobles tales como plata, oro, platino, o metales pesados como el hierro, cobre, manganeso, cinc, litio, o una molécula orgánica bactericida que pertenece a la familia de las sales de amonio cuaternario. Un modo de realización de la presente invención prevé el uso de bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) como sal de amonio cuaternario.

Los metales pueden tomarse individualmente o en una mezcla y también individualmente o en una mezcla con la sal de amonio cuaternario.

De acuerdo con una característica de la presente invención, el soporte de filtrado comprende un biopolímero sólido con una base de quitosano, a una concentración en peso mayor o igual a aproximadamente 15 % con respecto al peso del soporte de filtrado.

En algunos modos de realización, el soporte de filtrado, de acuerdo con la presente invención, tiene un peso en gramos comprendido entre 70 g/m² y 85 g/m² y un espesor comprendido entre 0,40 mm y 0,60 mm, por tanto, ventajosamente, conforme a las especificaciones de los filtros que tradicionalmente se usan en los sistemas HVAC.

En particular, el biopolímero a base de quitosano está provisto de al menos uno o más grupos funcionales que tienen una alta afinidad de unión con los metales mencionados anteriormente, para determinar un enlace estable con los metales y/o la sal de amonio cuaternario.

En consecuencia, la presencia de los grupos funcionales crea un fuerte enlace químico, termodinámicamente estable, entre el metal/metales y/o la sal de amonio cuaternario y el biopolímero, garantizando así que no serán arrastrados al interior del circuito de aire.

El quitosano es ventajoso porque no solo tiene los grupos funcionales anteriores sino que de manera autóctona tiene una acción bactericida eficiente que, en sinergia con el efecto bactericida de los metales afectados y/o la sal de amonio cuaternario, determina un aumento considerable de la habilidad para reducir la carga bacteriana mediante el filtro de acuerdo con la invención.

Algunos modos de realización de la presente invención prevén un intervalo de concentración del quitosano en el soporte de filtrado comprendido entre 15 % y 35 % en peso, preferentemente entre 15 % y 25 % en peso, más preferentemente entre 15 % y 20 % en peso con respecto al peso del soporte de filtrado. Algunos modos específicos de realización prevén una concentración de quitosano de entre 15 % y 17 % en peso con respecto al peso del soporte de filtrado. Un modo de realización prevé quitosano al 16 % en peso con respecto al peso del soporte de filtrado. Los porcentajes en peso del quitosano en el soporte de filtrado pretenden estar sustancialmente relacionados únicamente con el quitosano, es decir, no funcionalizado.

La parte remanente en peso del soporte de filtrado de acuerdo con la presente invención, normalmente está formada por fibra polimérica sintética, tal como por ejemplo, fibras de viscosa o polipropileno o de Nailon 6,6.

Normalmente, la fibra sintética se añade usando procesos mecánicos y térmicos con una disposición atravesada de las fibras para la configuración de tela no tejida o con la tejeduría de hilos de distintos tipos en el caso de una tejedura regular.

Estos intervalos de valores de concentración aportan un compromiso óptimo entre el efecto bactericida, en sinergia con los mencionados metales y/o sal de amonio cuaternario, la incorporación de los metales y/o sal de amonio cuaternario y las características estructurales normalmente requeridas para los filtros HVAC, tal y como se ha expuesto, en particular, en términos de peso en gramos y de espesor. De este modo, el filtro obtenible de acuerdo con la presente invención, puede introducirse en una máquina aerólica de un sistema HVAC sin cambiar los valores de eficiencia y prevalencia del mismo.

Las pérdidas de carga del medio de filtrado de acuerdo con la presente invención son menos de 5,0 mm (H₂O) aproximadamente.

En algunos modos de realización, los metales se seleccionan de entre plata, cobre y zinc, con rendimientos de intercambio o de adsorción sobre el biopolímero superiores a un 30 % en peso. En particular, la plata y el cobre garantizan rendimientos de adsorción superiores a un 40 % en peso, tan altos como valores incluso superiores a un 80 % en peso.

En algunos modos de realización, el metal seleccionado es plata con una concentración comprendida entre aproximadamente 0,2 mM y 0,5 mM, o plata con una concentración mayor o igual a 0,01 mM, preferentemente entre 0,01 mM y 0,025 mM, en una mezcla con cobre y cinc, ambos con una concentración mayor o igual a 1 mM, preferentemente entre 1 mM y 2 mM, con referencia a una solución de contacto con el biopolímero.

En algunos modos de realización, la sal de amonio cuaternario, tal como por ejemplo bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB), tiene una concentración de aproximadamente 0,5 mM con referencia a la solución de contacto.

De acuerdo con algunos modos de realización de la presente invención, el uno o más metales y/o la sal de amonio cuaternario están asociados con el soporte de filtrado por incorporación en el biopolímero.

De este modo, se obtiene un tratamiento que permite la adhesión de los metales y/o la sal de amonio cuaternario sobre todo el volumen del soporte de filtrado, y no sólo un tratamiento superficial. En consecuencia, la presente invención no está sujeta a la desventaja de que los metales sean arrastrados por la corriente de aire; su eficiencia se preserva y no se envía ningún metal y/o sal de amonio al interior del circuito de aire.

Algunos modos de realización prevén que los metales estén en forma de polvo, de modo que su incorporación en el biopolímero del soporte de filtrado sea más efectiva para reducir aún más el efecto de arrastre. Los rendimientos de intercambio o de adsorción de los metales sobre el biopolímero son los mismos que los mostrados anteriormente.

El soporte de filtrado de acuerdo con la presente invención puede hacerse, con las concentraciones de biopolímero y fibra polimérica sintética como las anteriores, en forma de una tela con una tejedura regular, es decir, de tipo malla con la urdimbre y la trama en la base del biopolímero.

En tales modos de realización, el hilado puede ser con un filamento continuo, o un filamento retorcido, o un filamento cortado a una longitud de algodón o lana y luego tejido.

Como alternativa, el soporte de filtrado de acuerdo con la presente invención, de nuevo con las concentraciones de biopolímero y fibras poliméricas sintéticas anteriores, pueden realizarse como una tela no tejida (en adelante también NWF por sus siglas en inglés).

En algunos modos de realización de la presente invención, uno o más de los metales y/o sal de amonio cuaternario mencionados puede estar asociado establemente dentro del biopolímero del soporte de filtrado y/o sobre su superficie externa. Por lo general, este proceso es conocido como "injerto" de uno o más agentes funcionalizantes sobre el soporte de filtrado.

En algunos modos de realización, antes del injerto, el soporte de filtrado a base de biopolímero puede someterse a una preactivación mediante radiación UV. Esta solución permite una catálisis del proceso de injerto.

5 De acuerdo con algunos modos de realización, el uno o más metales pueden introducirse, o asociarse establemente, dentro del biopolímero sólido incorporando los polvos de uno o más de los metales directamente en la mezcla de biopolímero fundido que entonces se extruye para formar el soporte de filtrado.

10 Otra variante de realización prevé que uno o más metales y/o sal de amonio cuaternario se asocien establemente o se introduzcan en forma iónica en el biopolímero sólido, mediante una solución de contacto que sirve como baño iónico en el que una sal del metal seleccionado o la sal de amonio cuaternario se disuelve y en el que el biopolímero sólido formado se sumerge o por el que se le hace transitar. De esta forma se obtiene la adherencia química de los metales y/o sal de amonio cuaternario al biopolímero sólido del soporte de filtrado.

15 En algunos modos de realización, el metal seleccionado es plata con una concentración comprendida entre aproximadamente 0,2 mM y 0,5 mM, o plata con una concentración mayor o igual a 0,01 mM, preferentemente entre 0,01 mM y 0,025 mM, en una mezcla con cobre y cinc, ambos con una concentración mayor o igual a 1 mM, preferentemente entre 1 mM y 2 mM, con referencia a la solución de contacto con el biopolímero.

20 En algunos modos de realización la sal de amonio cuaternario tiene una concentración de aproximadamente 0,5 mM con referencia a una solución de contacto.

En estos modos de realización en un baño de solución iónica, una vez que se ha realizado el injerto, el soporte de filtrado se somete a un secado.

25 Otro modo de realización prevé el depósito de vapores metálicos sobre el biopolímero, por ejemplo haciendo que este último transite por una cámara de vacío donde se producen los vapores metálicos y se depositan sobre el biopolímero, uniéndose establemente con los grupos funcionales.

30 Otros modos de realización de la presente invención prevén que el biopolímero se caliente a temperatura de ablandamiento, por ejemplo directamente en la extrusora calentada, antes de formarse, o posteriormente en una cámara caliente o baño caliente, y que se someta a una proyección de polvo metálico que se incorpora en el interior del mismo y sobre su superficie.

35 Algunos otros modos de realización de la presente invención comprenden soportes de filtrado hechos con fibras poliméricas sintéticas, como las anteriores, y el biopolímero a base de quitosano, en su forma expandida o esponjosa, con poros abiertos. En estos modos de realización, el polvo del metal o metales bactericidas primero puede mezclarse con la mezcla del biopolímero fundido, o puede distribuirse sobre e introducirse sobre el mismo en un momento posterior, explotando de nuevo la gran afinidad entre los grupos funcionales del biopolímero y los metales en cuestión.

40 Algunos modos de realización de la presente invención prevén que un dispositivo de filtrado sea del tipo que tiene bolsas, bien duras o blandas, o un dispositivo de filtrado corrugado, o una celda de filtrado, plana o con un saco tubular, para unidades de serpentín y ventilador. En estos modos de realización, el soporte de filtrado como el anterior está combinado con otro elemento de filtrado, tal como por ejemplo una fibra polimérica sintética de filtrado, o una tarjeta de filtrado o fibra de vidrio plegada.

45 En la solución con las bolsas, la estructura del filtro viene dada por la tarjeta de filtrado, mientras que en la solución con el filtro corrugado o celda de filtrado para unidades de serpentín y ventilador, ocurre lo contrario, es el quitosano el que actúa como estructura de soporte.

50 Este modo de realización con bolsas, o filtro corrugado o celda de filtrado para unidades de serpentín y ventilador es ventajoso, dado que el quitosano normalmente no tiene una buena eficiencia de filtrado mecánico. No obstante, su combinación con una tarjeta de filtrado u otro elemento de filtrado como los anteriores, que intercepte la bacteria en tránsito, evita que el depósito de la carga bacteriana en la tarjeta de filtrado genere una proliferación de bacterias, dado que tal proliferación se evita localmente mediante el propio quitosano, que por lo tanto sirve como protección medioambiental.

55 Otros modos de realización de la presente invención prevén que el soporte de filtrado se monte sobre un marco de metal o de plástico resistente, por ejemplo consistente en dos rejillas opuestas o placas agujereadas.

60 Breve descripción de los dibujos

Estas y otras características de la presente invención se pondrán de manifiesto a partir de la siguiente descripción de un modo preferente de realización, dado como ejemplo no restrictivo con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

65 - las figs. 1 a 12 muestran Tablas que resumen los datos experimentales de la presente invención;

- la fig. 13 es una representación esquemática, parcialmente en sección, de un filtro de bolsas que comprende un filtro de acuerdo con la presente invención;
- la fig. 14 es una representación esquemática en un plano de una celda de filtrado plana que comprende un filtro de acuerdo con la presente invención;
- la fig. 15 es una representación esquemática de un filtro corrugado que comprende un filtro de acuerdo con la presente invención.

Descripción detallada de un modo de realización preferente

Con referencia a los dibujos adjuntos, la fig. 13 muestra un filtro de bolsas 18 que comprende un filtro 10 de acuerdo con la presente invención.

El filtro 10 comprende un soporte de filtrado 12, en este caso con una base de tela no tejida (NWF).

El soporte de filtrado 12 está formado por quitosano sólido, en este caso 16 % en peso con respecto al peso del soporte de filtrado 12, aunque otros porcentajes en peso son posibles, como se ha descrito anteriormente. El resto es sustancialmente una fibra polimérica sintética tradicional sobre la que se adhieren uno o más metales 14 en forma iónica (en la fig. 13 las proporciones son deliberadamente irreal para mostrar los metales bactericidas) en las concentraciones que se han expuesto anteriormente, con una acción bactericida, tal como metales nobles o metales pesados, tomados individualmente o como una mezcla del uno con el otro.

En este caso, el filtro de bolsas 18 está formado por un marco de soporte 16, en general hecho de material plástico, y una tarjeta de filtrado de fibra polimérica sintética 15 conformada, que sirve como elemento estructural, combinado con el soporte de filtrado 12 como en lo que antecede.

La Fig. 14 muestra otro modo de realización del filtro 10 de acuerdo con la presente invención, en el que hay una celda de filtrado 28 plana, normalmente para su uso en unidades de serpentín y ventilador, que comprende un marco de soporte 26, normalmente hecho de plástico, que soporta un elemento de filtrado plano formado por el soporte de filtrado 12 con una base de quitosano y fibra polimérica sintética, funcionalizado con metales 14 con una acción bactericida, adaptado adecuadamente, en este caso con una forma rectangular plana (en este caso también las proporciones son deliberadamente irreales a fin de mostrar los metales bactericidas).

La Fig. 15 muestra un modo de realización adicional del filtro 10 de acuerdo con la presente invención, en el que hay un filtro 38 corrugado formado por un marco de soporte 36 que soporta un elemento de filtrado formado por el soporte de filtrado 12 conformado adecuadamente con corrugaciones, sobre el que se adhieren los metales 14 de acción bactericida, destacado en una escala irreal para una mejor comprensión.

En los modos de la realización de las figs. 13-15, que se aportan como ejemplo no restrictivo del ámbito de protección de la presente invención, los metales podrían sustituirse por o combinarse con una molécula seleccionada de entre sales de amonio cuaternario en las concentraciones que se han expuesto anteriormente, tales como por ejemplo CTAB.

Pruebas experimentales

Los filtros de acuerdo con la presente invención y según se describen en lo que antecede se prepararon y probaron para evaluar la adsorción del agente funcionalizador, metal o sal de amonio cuaternario, tal como CTAB, y también la eficiencia de la acción bactericida.

El solicitante ha experimentado con soportes de filtrado 12 hechos con quitosano en una concentración de entre 15 % y 35 % en peso, entre 15 % y 25 % en peso, entre 15 % y 20 % en peso y entre 15 % y 17 % en peso.

A continuación se ofrece una breve descripción de los resultados obtenidos con referencia a una concentración de quitosano del 16 % en peso. Se obtuvieron o previeron resultados similares o con las concentraciones de quitosano anteriores.

La compatibilidad funcional en una máquina aerólica estándar, en términos de eficiencia en el tratamiento del aire y de prevalencia, se respetaron usando el filtro de acuerdo con la presente invención.

i) Materiales y métodos

Las muestras que se van a someter al tratamiento funcionalizante y luego usarse en prueba microbiológicas consisten en rectángulos de tela no tejida (NWF), que normalmente contienen una fibra polimérica sintética, tal como por ejemplo, fibras de viscosa, o polipropileno o de nuevo Nailon 6,6, y quitosano en un porcentaje de concentración en peso igual al 16 %, que mide 5x10 cm y pesa aproximadamente 0,3-0,4 g (el peso de cada muestra se anota exactamente hasta una resolución de 0,1 mg). Cada muestra de quitosano-NWF se pone en una lata de PE junto con una solución de contacto (200 ml) para unir los metales.

En esos experimentos se sometieron a ensayo Cu, Zn, Li, Mn y Ag, así como con CTAB. Los resultados experimentales para los demás metales tales como oro, platino e hierro, están en proceso de ser definidos o están todavía pendientes de ser definidos en el futuro.

- 5 Las soluciones de contacto se preparan a partir de soluciones madre (concentración 10 mM) de sales metálicas: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, LiCl_2 , $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, que se seleccionaron de acuerdo con los requisitos y se diluyen a la molaridad deseada (el intervalo utilizado es 0,01- 2 mM).

Las soluciones que contienen Ag se preparan a partir de una solución de AgNO_3 Fluka con un título exacto de 0,1 N.

- 10 La solución de contacto que contiene CTAB (bromuro de cetiltrimetilamonio) se prepara pesando directamente la sal en el intervalo de 0,30-0,60 mM (en cualquier caso menos que la concentración micelar crítica del CTAB, que en la literatura es igual a 0,9 mM). El CTAB es un agente tensioactivo catiónico cuaternario que no sólo tiene las mismas propiedades iónicas que los metales (carga de red positiva) sino que además tiene cierta potencia antibacteriana (y de hecho se usa como detergente-desinfectante en muchos productos domésticos para el hogar).

Las latas que contienen la muestra a tratar y la solución de contacto están cerradas herméticamente y se agitan durante 24 horas.

- 20 Las soluciones que contienen Ag^+ soluciones se mantienen a oscuras, envolviendo la lata en una lámina de aluminio.

Al final de la agitación, las muestras de NWF-quitosano se lavan con agua desionizada y se ponen a secar en un horno a 40 °C; las soluciones de contacto se conservan.

- 25 Una vez que las muestras están secas, se toma una porción de una de ellas (aproximadamente la mitad, o 0,1-0,2 g) para someterla a mineralización (por digestión ácida en un horno microondas) y posteriormente se determinan los minerales mediante espectrofotometría de absorción atómica.

- 30 Las soluciones de contacto se someten a la misma determinación, sin digestión preliminar (salvo por las muestras que también se tratan con CTAB).

De este modo se evalúa la eficiencia de adsorción de los distintos tipos de metal sobre la muestra, cruzando los datos sobre el contenido de metal de la NWF con el residuo en la solución.

- 35 En lo que respecta a las muestras tratadas con CTAB, la eficiencia de adsorción se determina solo indirectamente a través de la diferencia, dosificando el CTAB residual en la solución madre tras el contacto, mediante una prueba de espectrofotometría en el rango visible.

- 40 La parte restante de la muestra se somete a pruebas bacteriológicas, que esencialmente consisten en evaluar el crecimiento bacteriano tras entrar en contacto con un aerosol que contiene altas concentraciones de microorganismos.

Para este fin se prepara una suspensión bacteriana, tomando con la punta de un tampón 1 o 2 colonias de cultivos jóvenes (24/48 horas) de *Staphylococcus aureus* (cepa ATCC 25923) para tener una concentración de células de aproximadamente 107 UFC/ml.

- 45 En cualquier caso, la concentración de la suspensión se verifica *a posteriori*, mediante siembra con bucles en L sobre cantidades de 0,1 ml de agar de Soja triptica de la solución madre y posteriores diluciones en serie (hasta 10⁻⁴), y después incubando a 36 °C durante 24 horas y realizando posteriormente el recuento necesario.

- 50 La suspensión madre bacteriana así obtenida, se transfiere a una ampolla estéril para aerosol, que entonces se sujeta a un soporte con capucha con una corriente laminar.

La parte residual de las muestras de NWF tratadas se pone en contenedores estériles de material plástico provistos con tapas de tipo rosca.

- 55 En cada contenedor (uno por muestra), se deja fluir el aerosol bacteriano durante 10 minutos, que se corresponde con cada título de la suspensión original de 107 UFC/ml hasta aproximadamente 107 células bacterianas/muestra.

Tras el contacto con el aerosol bacteriano cada muestra se divide en 2 sub-porciones:

- 60 - una primera sub-porción se pone en un tubo que contiene un medio de cultivo líquido no selectivo (TSB, Caldo de Triptona de Soja);
- 65 - una segunda sub-porción se pone en placas de Petri sobre la superficie de un medio de Soja Triptica en solidificación. Después, cuando se ha producido la solidificación, el fragmento de NWF se cubre con unos pocos milímetros [ml] de agar de Soja Triptica aún líquido, para quedar completamente incluido en el medio de cultivo, con un espesor de agar de unos pocos micrómetros [mm] entre la superficie de la muestra y la superficie del medio.

Se aplica el mismo procedimiento en un rectángulo de NWF-quitosano que tenga el mismo tamaño que las muestras y no se haya tratado con sales metálicas o con CTAB, el cual se somete a un contacto con un aerosol bacteriano de la misma forma que las muestras y que por lo tanto actúa como un producto en bruto o muestra de referencia.

- 5 Los tubos que contienen el medio líquido y las placas de Petri se colocan en un termostato para que se incuben a una temperatura de 30 °C y se comprueban cada día para verificar la presencia de turbidez (tubos con TSB) o crecimiento de colonias (placas con agar de Soja tróptica) durante un periodo de 10 días.

10 ii) Resultados

Se efectuaron varias pruebas de tratamiento sobre la NWF-quitosano, en cada ocasión se variaron la composición y concentración de los metales en las soluciones de contacto, para determinar las eficiencias de adsorción y evaluar los posibles efectos competitivos y sinérgicos. Los metales seleccionados para los experimentos (Ag, Cu, Zn, Mn, Li) y CTAB se usaron solos o en mezclas.

15 Luego se midió la eficiencia antibacteriana de cada lote usando los métodos descritos anteriormente.

Los datos pormenorizados de las pruebas están incluidos en las Tablas 1 - 8 con respecto a las pruebas de adsorción química y en las Tablas 9 - 12 con respecto a las pruebas bacteriológicas.

20 A continuación sigue un informe resumido de las distintas pruebas:

- Prueba 1 (Tabla 1 en la fig. 1): Ag, Cu, Zn y Mn en soluciones de contacto individuales con concentraciones de 0,1 mM. El metal con el mayor rendimiento de adsorción es el Cu (> 80 %), seguido de la Ag (40 %), mientras que el Zn y el Mn presentan niveles más bajos (respectivamente 26 % y 16 %). No se realizó ninguna prueba microbiológica con este lote.
- Prueba 2 (Tabla 2 en la fig. 2): triple repetición de la prueba 1. Los resultados de la primera prueba se confirmaron sustancialmente.
- Prueba 3 (Tabla 3 en la fig. 3): Ag, Cu, Zn, Mn y Li en soluciones de contacto individuales con concentraciones de 0,2 mM, triple. La mayor eficiencia de adsorción se obtuvo con el Cu (77-80 %) y la Ag (45 %); los demás metales presentan niveles de eficiencia de <10 %. Sólo la muestra con Ag obtuvo suficiente eficiencia antibacteriana (turbidez después de 10 días) (Tabla 9 en la fig. 9); la muestra con Cu inhibió el crecimiento microbiano durante 3 días.
- Prueba 4 (Tabla 4 en la fig. 4): Ag, Cu, Zn, Mn y Li en soluciones de contacto individuales con concentraciones de 0,05 mM, triple. La mayor eficiencia de adsorción se obtuvo con el Cu (>80 %) y la Ag (54 %), mientras que la eficiencia del Zn, el Mn y el Li (en orden decreciente) fue inferior a 31,5 %. La mayor eficiencia antibacteriana se obtuvo con la Ag (turbidez del TSB en 4 días, pero aun así insuficiente) (Tabla 9); todos los demás metales presentaron turbidez a partir del día 1.
- Prueba 5 (Tabla 5 en la fig. 5): Ag, Cu, Zn, Mn y Li en soluciones de contacto individuales con concentraciones de 0,5 mM, doble, usando las muestras de repetición de la NWF- quitosano previamente irradiadas con rayos UV durante aproximadamente 16 horas; CTAB en solución individual de 0,45 mM. Las eficiencias de adsorción disminuyen aún más a medida que la concentración de las soluciones aumenta: la mejor eficiencia se dio con el Cu con valores justo por debajo del 70 %, mientras que la Ag se quedó por debajo del 40 %. En lo que respecta a la eficiencia antibacteriana, la muestra con Ag fue efectiva durante un periodo mínimo de 10 días, mientras que la muestra con Cu lo fue durante 2 días; todas las demás produjeron turbidez a partir del día 1. La muestra tratada con CTAB produjo resultados comprables a los de la Ag (Tabla 10 en la fig. 10). No se encontraron diferencias importantes entre las muestras tratadas con rayos UV y las que no fueron tratadas.
- Prueba 6 (Tabla 6): Ag, Cu y Zn en una mezcla de 5 formulaciones a distintas concentraciones (intervalo 0,05-0,2 mM); Cu, Mn y Zn en una mezcla de 1 formulación (sin Ag). En la mezcla, las eficiencias de adsorción de Cu y Ag son similares, hasta que se invierten en mezclas en las que la molaridad de la Ag es menor que la del Cu (proporcional a la diferencia en molaridad). En particular, en la muestra con 0,05 mM de Ag y 0,2 mM de Cu (muestra 5), se obtuvieron eficiencias de un 86 % y 75 % respectivamente; en las otras muestras las eficiencias de adsorción de la Ag y el Cu permanecieron en el intervalo del 60-90 %. Con respecto al Zn, las eficiencias son siempre muy bajas, en el intervalo del 6-15 %. Con respecto a la eficiencia antibacteriana (Tabla 11 en la fig. 11), todas las muestras mostraron alguna acción inhibidora de la flora microbiana, aunque solo la muestra 1 (Ag, Cu y Zn, todos de 0,1 mM) arrojó resultados satisfactorios, produciendo turbidez en el medio de cultivo después de 10 días. La muestra 2 (Ag de nuevo a 0,1 mM, pero Cu y Zn a 0,2 mM) también arrojó resultados satisfactorios, produciendo turbidez sólo en el día VIII.
- Prueba 7 (Tabla 7): Ag, Cu y Zn en una mezcla de 6 formulaciones a distintas concentraciones (intervalo 0,01-0,05 mM para Ag, 0,1-2 mM para Cu y Zn). La concentración aumentada de Cu y Zn obtuvo una disminución general en los rendimientos de adsorción, probablemente debido a la intervención de factores competitivos. En particular para la Ag, solo en un caso (muestra 6) se obtiene una eficiencia > 80 %, en el resto de los casos se obtuvieron porcentajes muy inferiores al 50 %; para el Cu, hubo una tendencia gradual de reducción del % de eficiencia a medida que la concentración aumentaba, aunque esto no ocurrió con el Zn, para el que hubo una tendencia evidente a la saturación ya a bajas concentraciones (la eficiencia nunca superó el 15 %). No obstante, la alta concentración de Cu, junto con Ag, provocó que tanto la muestra 3 (Ag 0,025 mM, Cu 1 mM, Zn 1 mM) como la

muestra 5 (Ag 0,01 mM, Cu 2 mM Zn 2 mM) mostraran una eficiencia antibacteriana que se prolongó después de los 10 días, mientras que para las otras muestras el medio de cultivo se enturbió a los 5-7 días (Tabla 11).

- Prueba 8 (Tabla 8): CTAB en soluciones individuales (intervalo de concentraciones 0,3 - 0,6 mM) o en mezclas con Cu y Zn (intervalo 0,2-0,5 mM). En las mezclas con CTAB, el Cu y el Zn parecieron unirse menos, dada la misma concentración, comparadas con las muestras de las pruebas anteriores. No obstante, en este caso, todas las muestras (con o sin metales) mostraron una total efectividad antibacteriana que produjo que los medios de cultivo permanecieran límpidos bastante después del estándar de 10 días (Tabla 12 en la fig. 12).

iii) Conclusiones

Se exploraron distintos niveles experimentales, o distintas combinaciones de agentes metálicos funcionalizantes sobre una base de NWF de compuesto polímero sintético con quitosano en una concentración nominal del 16 %. Se experimentó la capacidad de intercambio con los siguientes metales que tienen una potencia antibacteriana evidente (de acuerdo con los datos de la literatura): Ag, Cu, Zn, Mn, Li.

De los cuales, Ag y Cu garantizan rendimientos ventajosos de adsorción, con porcentajes superiores al 40 % y máximos superiores al 80 %.

El Zn también, en algunas condiciones, alcanza porcentajes de adsorción importantes de hasta más del 30 % con respecto al peso del biopolímero.

Por lo tanto puede deducirse que estos tres metales pueden considerarse adecuados para la formulación de una NWF-quitosano para una función antibacteriana.

Por tanto, las funcionalizaciones también se ensayaron con la combinación de los tres metales que podrían proporcionar resultados satisfactorios en cuanto a la potencia antibacteriana.

Tras la preparación química, las telas modificadas se sometieron a pruebas microbiológicas.

Se puso claramente de manifiesto que la fibra no-funcionalizada no muestra ninguna potencia antibacteriana importante, mientras que por el contrario, el acoplamiento con metales le confiere a la tela importantes propiedades antibacterianas.

El metal que ofrece esta mejoría del material es esencialmente la plata, que muestra dichas propiedades a concentraciones de 0,2-0,5 mM (en la solución de contacto).

Esto es equivalente a tener aproximadamente 5,5 mg Ag/Kg fibra a 0,2 mM y aproximadamente 11 mg Ag/Kg fibra a 0,5 mM. La plata por sí sola no muestra una potencia antibacteriana máxima por debajo de 0,2 mM (p. ej. a 0,1 mM). Por debajo de estas concentraciones, la Ag solo tiene efecto combinada con otros metales. Se ha verificado que con la Ag de 0,01 mM a 0,025 mM - y obviamente más allá, si bien a estas bajas concentraciones se obtienen ciertamente ventajas económicas - y Cu y Zn a 1 mM o 2 mM, se alcanzaron los objetivos pretendidos, usando pues 10-20, e incluso 50 veces menos comparado con la Ag tomada individualmente. Por lo tanto, habiendo constatado la posibilidad real de obtener una tela con una alta potencia antibacteriana reduciendo significativamente la concentración de Ag acoplada con otros metales de bajo coste, en esta primera etapa se verificó si una molécula orgánica estudiada durante un largo periodo de tiempo por el Solicitante, conocida como CTAB, un agente tensioactivo que tiene un comportamiento químico/físico similar al de otros metales pesados, mostraba una potencia antibacteriana, en relación con la capacidad de intercambio catiónico, ya que tiene una carga de red positiva.

El solicitante ya ha estudiado el CTAB como un funcionalizador de zeolitas para conferirles altas capacidades de adsorción de compuestos orgánicos volátiles.

También se sabe que el CTAB, como un compuesto de amonio cuaternario, revela propiedades desinfectantes en soluciones acuosas.

Por este motivo el solicitante ha intentado un intercambio con la NWF-quitosano y posteriormente ha probado sus capacidades esterilizantes.

Los resultados fueron favorables más allá de toda expectativa, ya que en todos los casos probados la NWF-quitosano funcionalizada con CTAB mostraron grandes características antibacterianas, tanto sola como asociada con metales.

Por lo tanto, el uso de CTAB como funcionalizador alternativo y/o combinado con uno o más metales se configura como un tipo de compuesto innovador. El Solicitante por lo tanto, proseguirá con los ensayos bacteriológicos, usando cepas gram-negativas, de algunos de los mejores tipos de tela como los que emergieron durante la primera etapa, en colaboración con el CNR (por sus siglas en inglés de Consejo de Investigación Nacional Italiano). También se cuantificará los rendimientos de intercambio del CTAB y se definirá el proceso tecnológico-industrial para la producción en serie del nuevo material.

REIVINDICACIONES

1. Filtro para plantas de enfriamiento, ventilación, aire acondicionado, calentamiento y purificación de aire, **caracterizado por que** comprende un soporte de filtrado (12) formado por una o más fibras poliméricas sintéticas y un biopolímero sólido a base de quitosano a una concentración en peso mayor o igual a aproximadamente 15 % con respecto al peso de dicho soporte de filtrado (12), uno o más metales (14) en forma iónica con una acción bactericida que están asociados establemente con dicho soporte de filtrado (12) y seleccionándose de un grupo comprendido por: metales nobles tales como plata, oro, platino, o metales pesados tales como hierro, cobre, manganeso, cinc, litio, o una molécula orgánica bactericida seleccionada de entre sales de amonio cuaternario, tomándose dichos metales (14) individualmente o en una mezcla de unos con otros, o individualmente o en una mezcla con la sal de amonio cuaternario, añadiéndose dichos metales (14) y/o dicha sal de amonio cuaternario, con un enlace químico, tanto dentro del biopolímero como en su superficie.
2. Filtro según la reivindicación 1, **caracterizado por que** tiene un peso en gramos por metro cuadrado comprendido entre 70 g/m² y 85 g/m² y un espesor comprendido entre 0,40 mm y 0,60 mm.
3. Filtro según las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** proporciona un intervalo en la concentración de quitosano comprendido entre el 15 % y el 35 % en peso con respecto al peso del soporte de filtrado (12), preferentemente entre el 15 % y el 25 % en peso, incluso más preferentemente entre el 15 % y el 20 % en peso con respecto al peso del soporte de filtrado (12).
4. Filtro según las reivindicaciones 1, 2 o 3, **caracterizado por que** los metales se seleccionan de entre plata, cobre y zinc, con una absorción en el biopolímero superior a un 30 % en peso.
5. Filtro como en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el metal en forma iónica seleccionado es plata con una concentración comprendida entre aproximadamente 0,2 mM y 0,5 mM, o es plata con una concentración mayor o igual a 0,01 mM, preferentemente entre 0,01 mM y 0,025 mM, en una mezcla con cobre y cinc, ambos con una concentración mayor o igual a 1 mM, preferentemente entre 1 mM y 2 mM, con referencia a una solución de contacto con el biopolímero.
6. Filtro como en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la sal de amonio cuaternario tiene una concentración de aproximadamente 0,5 mM con referencia a una solución de contacto con el biopolímero.
7. Filtro como en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el soporte de filtrado (12) tiene forma de tela con una tejedura regular, es decir, del tipo malla con la urdimbre y la trama basadas en dicho biopolímero, o como una tela no tejida (NWF).
8. Filtro como en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** dicha sal de amonio cuaternario es bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB).
9. Filtro como en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** dichas una o más fibras sintéticas de polímero se seleccionan de un grupo que comprende fibras de viscosa o polipropileno, o Nailon 6,6.
10. Dispositivo de filtrado del tipo que tiene bolsas, rígidas o flexibles, o del tipo con filtro corrugado, o una celda de filtrado, plana o con un saco tubular, para unidades de serpentín y ventilador, que comprende un filtro según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, combinado con un elemento de filtrado adicional tal como una fibra sintética polimérica de filtrado, o una tarjeta de filtro de fibra de vidrio plegada.
11. Método para la producción de un filtro para plantas de enfriamiento, ventilación, aire acondicionado, calentamiento y purificación de aire, **caracterizado por que** comprende:
 - una etapa de formación de un soporte de filtrado (12) mediante una o más fibras poliméricas sintéticas y mediante un biopolímero sólido a base de quitosano en una concentración en peso mayor o igual a aproximadamente el 15 % con respecto al peso del soporte de filtrado (12),
 - una etapa de asociación estable de uno o más metales (14) con forma iónica que presentan una acción bactericida con dicho soporte de filtrado (12), seleccionándose dichos uno o más metales (14) con forma iónica de un grupo que comprende: metales nobles tales como plata, oro, platino o metales pesados tales como hierro, cobre, manganeso, cinc, litio o una molécula orgánica bactericida seleccionada de entre sales de amonio cuaternario,
 en donde, cuando uno o más metales (14) están presentes, dicha etapa de asociación estable incluye tomar dichos metales (14) individualmente o en una mezcla de unos con otros, o individualmente o en una mezcla con la sal de amonio cuaternario, y añadir dichos metales (14) individualmente o en una mezcla de unos con otros, o individualmente o en una mezcla con la sal de amonio cuaternario, mediante un enlace químico, tanto dentro del biopolímero como en su superficie.

12. Método según la reivindicación 11, **caracterizado por que** dichos uno o más metales (14) están asociados establemente con el biopolímero incorporando polvos de uno o más de los metales (14) directamente en una mezcla de biopolímero fundido que es entonces extruido y las fibras poliméricas sintéticas se añaden usando procesos mecánicos y térmicos para formar el soporte de filtrado (12), o dichos uno o más metales (14) están asociados establemente al biopolímero depositando vapores de metal sobre el biopolímero, pasando el biopolímero a una cámara de vacío donde se producen dichos vapores de metal depositados sobre el biopolímero, uniéndose establemente al mismo, o el biopolímero se calienta a su temperatura de ablandamiento y el biopolímero calentado se somete a una proyección de polvo metálico que se incorpora en el interior del mismo y sobre su superficie.
13. Método según la reivindicación 11, **caracterizado por que** dichos uno o más metales (14) y/o dicha sal de amonio cuaternario están asociados establemente en forma iónica con el biopolímero, mediante una solución de contacto que actúa como un baño iónico en el que una sal del metal seleccionado o la sal de amonio cuaternario se disuelven y en el que el biopolímero formado se sumerge o transita por él.
14. Método según la reivindicación 13, **caracterizado por que**, en el caso de dichos uno o más metales (14), el metal seleccionado es plata con una concentración comprendida entre aproximadamente 0,2 mM y 0,5 mM, o es plata con una concentración mayor o igual a 0,01 mM, preferentemente entre 0,01 mM y 0,025 mM, en una mezcla con cobre y cinc, ambos con una concentración mayor o igual a 1 mM, preferentemente entre 1 mM y 2 mM, con referencia a la solución de contacto con el biopolímero, o en el caso de dicha sal de amonio cuaternario, la sal de amonio cuaternario tiene una concentración de aproximadamente 0,5 mM con referencia a la solución de contacto.
15. Método según cualquiera de las reivindicaciones de la 11 a la 14, **caracterizado por que** dicha sal de amonio cuaternario es bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB).

Tabla 1

Peso molecular - metal	Peso molecular - sal	mg/l solución madre	mmol/l solución madre	mmol/l solución de contacto inicial	mg/l solución de contacto inicial	mg/solución de contacto - inicial	mg/l solución intermedia	mg/l solución de contacto - final	g tela	mg/Kg sobre quitosano	mmol/Kg adsorbido sobre quitosano	mg adsorbido	% eficiencia de adsorción
Ag	107,86	1078	0,1	10,78	2,16	3,4345	3,85	0,3647	2306	21,4	0,84	39,01	
Cu	63,546	249,69	10,7	0,11	6,83	1,37	0,3608	0,3101	0,3690	3134	49,3	1,16	84,66
Mn	54,938	169,01	750	13,7	0,14	7,5	5,67	5,11	0,3607	697	12,7	0,25	16,76
Zn	65,38	136,29	523	8,0	0,08	5,23	4,89	4,44	0,3728	737	11,3	0,27	26,27

Fig. 1

Tabla 2. 0,1 mmol/l

Peso molecular - metal	Peso molecular - sal	mg/l solución madre	mmol/l solución madre	mmol/l solución de contacto inicial	mg/l solución de contacto inicial	mg/solución de contacto - inicial	mg/l solución intermedia	mg/l solución de contacto - final	g tela	mg/Kg sobre quitosano	mmol/Kg adsorbido sobre quitosano	mg adsorbido	% eficiencia de adsorción
Repetición 1													
Ag	107,86	1078	0,1	10,78	2,16	4,15	0,83	0,3644	2488	23,1	0,91	42,05	
Cu	63,546	249,69	687	10,8	0,11	6,87	0,29	0,3653	3351	52,7	1,22	89,09	
Mn	54,938	169,01	710	12,9	0,13	7,1	5,1	1,02	0,3574	720	13,1	0,26	18,12
Zn	65,38	136,29	578	8,8	0,09	5,78	4,83	0,97	0,3561	751	11,5	0,27	23,13
Repetición 2													
Ag	107,86	1078	0,1	10,78	2,16	2,74	0,55	0,3602	2857	26,5	1,03	47,73	
Cu	63,546	249,69	687	10,8	0,11	6,87	0,31	0,06	0,3563	3325	52,3	1,18	86,22
Mn	54,938	169,01	710	12,9	0,13	7,1	4,85	0,97	0,3584	704	12,8	0,25	17,77
Zn	65,38	136,29	578	8,8	0,09	5,78	4,75	0,95	0,3625	721	11,0	0,26	22,61
Repetición 3													
Ag	107,86	1078	0,1	10,78	2,16	3,22	0,64	0,3541	2472	22,9	0,88	40,60	
Cu	63,546	249,69	687	10,8	0,11	6,87	0,25	0,05	0,3477	3554	55,9	1,24	89,94
Mn	54,938	169,01	710	12,9	0,13	7,1	5,04	1,01	0,3655	698	12,7	0,26	17,97
Zn	65,38	136,29	578	8,8	0,09	5,78	4,96	0,99	0,3764	705	10,8	0,27	22,96

Fig. 2

Tabla 3. 0,2 mmol/l

Peso molecular - metal	Peso molecular - sal	mg/l solución madre	mmol/l solución de contacto madre	mmol/l solución de contacto inicial	mg/l solución de contacto - inicial	mg/solución n de contacto - inicial	mg/l solución de contacto - intermedia	mg/l solución de contacto - final	g tela	mg/Kg sobre quitosano	mmol/Kg adsorbido sobre quitosano	mg adsorbido	% eficiencia de adsorción
Repetición 1													
Ag	107,86	170		0,200	21,56	4,31	12,0	2,40	0,3580	5426	50,3	1,94	45,05
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,221	2,80	1,38	0,28	0,3585	6048	95,2	2,17	77,33
Mn	54,938	169,01	895	16,3	0,326	3,58	13,7	2,74	0,3694	787	14,3	0,29	8,12
Zn	65,38	136,29	552	8,4	0,169	2,21	11,7	2,34	0,3683	569	8,7	0,21	9,49
Li	6,94	42,39	67,5	9,7	0,195	0,27	1,27	0,25	0,3729	8,96	1,3	0,003	1,24
Repetición 2													
Ag	107,86	170		0,200	21,56	4,31	12,4	2,48	0,3483	5525	51,2	1,92	44,63
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,221	2,80	1,58	0,32	0,3566	6122	96,3	2,18	77,86
Mn	54,938	169,01	895	16,3	0,326	3,58	14,6	2,92	0,3471	751	13,7	0,26	7,28
Zn	65,38	136,29	552	8,4	0,169	2,21	12,4	2,48	0,3649	555	8,5	0,20	9,17
Li	6,94	42,39	67,5	9,7	0,195	0,27	1,25	0,25	0,3769	7,95	1,1	0,003	1,11
Repetición 3													
Ag	107,86	170		0,200	21,56	4,31	11,6	2,32	0,3584	5322	49,3	1,91	44,23
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,221	2,80	1,89	0,38	0,3471	6410	100,9	2,22	79,35
Mn	54,938	169,01	895	16,3	0,326	3,58	14,6	2,92	0,3512	701	12,8	0,25	6,88
Zn	65,38	136,29	552	8,4	0,169	2,21	10,5	2,10	0,3758	541	8,3	0,20	9,21
Li	6,94	42,39	67,5	9,7	0,195	0,27	0,96	0,19	0,3633	9,11	1,3	0,003	1,23

Fig. 3

Tabla 4. 0,05 mmol/l

Peso molecular - metal	Peso molecular - sal	mg/l solución madre	mmol/l solución madre	mmol/l solución de contacto - inicial	mg/l solución de contacto - inicial	mg/solución de contacto - inicial	mg/l solución de contacto - intermedia	mg/l solución de contacto - final	g tela	mg/Kg sobre quitosano	mmol/Kg adsorbido sobre quitosano	mg adsorbido	% eficiencia de adsorción
Repetición 1													
Ag	107,86	170		0,050	5,39	1,08	2,1	0,43	0,3636	1614	15,0	0,59	54,44
Cu	63,546	249,69	701	11,0	3,505	0,70	0,05	0,01	0,3601	1650	26,0	0,59	84,76
Mn	54,938	169,01	895	16,3	4,475	0,90	2,59	0,52	0,3785	381	6,9	0,14	16,11
Zn	65,38	136,29	552	8,4	2,76	0,55	2,07	0,41	0,3769	461	7,1	0,17	31,48
Li	6,94	42,39	67,5	9,7	0,3375	0,07	0,3	0,06	0,3791	7,54	1,1	0,003	4,23
Repetición 2													
Ag	107,86	170		0,050	5,39	1,08	2,3	0,46	0,3577	1635	15,2	0,58	54,25
Cu	63,546	249,69	701	11,0	3,505	0,70	0,05	0,01	0,3315	1722	27,1	0,57	81,43
Mn	54,938	169,01	895	16,3	4,475	0,90	2,16	0,43	0,379	398	7,2	0,15	16,85
Zn	65,38	136,29	552	8,4	2,76	0,55	1,96	0,39	0,3669	471	7,2	0,17	31,31
Li	6,94	42,39	67,5	9,7	0,3375	0,07	0,42	0,08	0,3525	7,96	1,1	0,003	4,16
Repetición 3													
Ag	107,86	170		0,050	5,39	1,08	2,1	0,41	0,3641	1666	15,4	0,61	56,27
Cu	63,546	249,69	701	11,0	3,505	0,70	0,08	0,02	0,3619	1740	27,4	0,63	89,83
Mn	54,938	169,01	895	16,3	4,475	0,90	2,67	0,53	0,3777	351	6,4	0,13	14,81
Zn	65,38	136,29	552	8,4	2,76	0,55	2,14	0,43	0,3463	484	7,4	0,17	30,36
Li	6,94	42,39	67,5	9,7	0,3375	0,07	0,36	0,07	0,3458	7,63	1,1	0,003	3,91

Fig 4

Tabla 5

Peso molecular - metal	Peso molecular - sal	mg/l solución madre	mmol/l solución madre	mmol/l solución de contacto	mg/l solución de contacto - inicial	mg/solución de contacto - -inicial	mg/l solución intermedia	mg/l solución de contacto - final	g tela	mg/Kg sobre quitosano	mmol/Kg adsorbido sobre quitosano	mg adsorbido	% eficiencia de adsorción
Quitosano no irradiado con UV													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,500	53,9	10,78	29,8	0,3730	11622	107,8	4,34	40,21
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,552	35,05	7,01	7,24	0,3695	13137	206,7	4,85	69,25
Mn	54,938	169,01	895	16,3	0,815	44,75	8,95	32,6	0,3699	913	16,6	0,34	3,77
Zn	65,38	136,29	552	8,4	0,422	27,6	5,52	28,3	0,3688	693	10,6	0,26	4,63
Li	6,94	42,39	67,5	9,7	0,486	3,375	0,68	2,66	0,3722	5,6	0,8	0,002	0,31
Quitosano irradiado con UV													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,500	53,9	10,78	27,7	0,3577	11857	109,9	4,24	39,34
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,552	35,05	7,01	7,7	0,3615	12704	199,9	4,59	65,51
Mn	54,938	169,01	895	16,3	0,815	44,75	8,95	34,2	0,379	717	13,1	0,27	3,04
Zn	65,38	136,29	552	8,4	0,422	27,6	5,52	27,9	0,3669	532	8,1	0,20	3,54
Li	6,94	42,39	67,5	9,7	0,486	3,375	0,68	2,81	0,3525	5,13	0,7	0,002	0,27

Fig. 5

Tabla 6

Peso molecular - metal	Peso molecular - sal	mg/l solución madre	mmol/l solución madre	mmol/l solución de contacto	mg/l solución de contacto - inicial	mg/solución de contacto - inicial	mg/l solución intermedia	mg/l solución de contacto - final	g tela	mg/Kg sobre quitosano	mmol/Kg adsorbido sobre quitosano	mg adsorbido	% eficiencia de adsorción
Solución de contacto 1													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,100	10,78	2,16	1,05	0,21	0,3688	3550	1,31	60,73
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,110	7,01	1,40	0,19	0,04	0,3688	2787	1,03	73,31
Zn	65,38	287,56	689	10,5	0,105	6,89	1,38	6,00	1,20	0,3688	495	7,6	13,25
Solución de contacto 2													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,100	10,78	2,16	1,23	0,25	0,3699	4106	1,52	70,45
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,221	14,02	2,80	0,85	0,17	0,3699	5212	1,93	68,76
Zn	65,38	287,56	689	10,5	0,211	13,78	2,76	12,6	2,52	0,3699	502	7,7	6,74
Solución de contacto 3													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,050	5,39	1,08	0,38	0,08	0,3798	2516	23,3	88,64
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,110	7,01	1,40	0,097	0,02	0,3798	2185	34,4	59,19
Zn	65,38	287,56	689	10,5	0,105	6,89	1,38	5,8	1,16	0,3798	585	8,9	16,12
Solución de contacto 4													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,050	5,39	1,08	0,58	0,12	0,3668	2528	23,4	86,02
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,221	14,02	2,80	0,55	0,11	0,3668	5778	90,9	75,58
Zn	65,38	287,56	689	10,5	0,211	13,78	2,76	12,5	2,50	0,3668	555	8,5	7,39
Solución de contacto 5													
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,221	14,02	2,80	0,22	0,04	0,3820	5591	88,0	76,17
Mn	54,938	169,01	895	16,3	0,326	17,9	3,58	14,7	2,94	0,3820	153	2,8	1,63
Zn	65,38	287,56	689	10,5	0,211	13,78	2,76	12,6	2,52	0,3820	481	7,4	6,67

Fig. 6

Tabla 7

Peso molecular - metal	Peso molecular - sal	mg/l solución madre	mmol/l solución madre	mmol/l solución de contacto	mg/l solución de contacto - inicial	mg/solución de contacto - inicial	mg/l solución intermedia	mg/l solución de contacto - final	g tela	mg/Kg sobre quitosano	mmol/Kg adsorbido sobre quitosano	mg adsorbido	% eficiencia de adsorción
Solución de contacto 1													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,050	5,39	1,08	0,56	0,11	0,3254	377	3,5	11,38
Cu	63,546	249,69	701	11,0	0,110	7,01	1,40	0,32	0,06	0,3254	3847	60,5	89,29
Zn	65,38	287,56	689	10,5	0,105	6,89	1,38	7,15	1,43	0,3254	661	10,1	15,61
Solución de contacto 2													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,025	2,695	0,54	0,75	0,15	0,3112	341	3,2	19,69
Cu	63,546	249,69	699	11,0	0,440	27,96	5,59	3,98	0,80	0,3112	11964	188,3	66,58
Zn	65,38	287,56	854	13,1	0,522	34,16	6,83	29,2	5,84	0,3112	521	8,0	2,37
Solución de contacto 3													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,025	2,695	0,54	1,49	0,30	0,3359	203	1,9	12,65
Cu	63,546	249,69	699	11,0	1,100	69,9	13,98	28,1	5,62	0,3359	18613	292,9	44,72
Zn	65,38	287,56	854	13,1	1,306	85,4	17,08	78	15,60	0,3359	377	5,8	0,74
Solución de contacto 4													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,025	2,695	0,54	2,23	0,45	0,3359	310	2,9	19,32
Cu	63,546	249,69	699	11,0	2,200	139,8	27,96	89,1	17,82	0,3359	19115	300,8	22,96
Zn	65,38	287,56	854	13,1	2,612	170,8	34,16	138	27,60	0,3359	180	2,8	0,18
Solución de contacto 5													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,010	1,078	0,22	0,68	0,14	0,3451	215	2,0	34,41
Cu	63,546	249,69	699	11,0	2,200	139,8	27,96	72,1	14,42	0,3451	27369	430,7	33,78
Zn	65,38	287,56	854	13,1	2,612	170,8	34,16	168	33,60	0,3451	339	5,2	0,34
Solución de contacto 6													
Ag	107,86	170	1078	10,0	0,050	5,39	1,08	0,46	0,09	0,3589	2564	23,8	85,36
Cu	63,546	249,69	699	11,0	0,220	13,98	2,80	0,47	0,47	0,3589	6577	103,5	84,42
Zn	65,38	287,56	854	13,1	0,261	17,08	3,42	12,2	2,44	0,3589	666	10,2	7,00

Fig. 7

Tabla 8

Peso molecular - metal	Peso molecular - sal	mg/l solución madre	mmol/l solución madre	mmol/l solución de contacto inicial	mg/l solución de contacto inicial	mg/solución de contacto - inicial	mg/l solución de contacto - intermedia	mg/l solución de contacto - final	g tela	mg/Kg sobre quitosano	mmol/Kg adsorbido sobre quitosano	mg adsorbido	% eficiencia de adsorción
Solución de contacto 1													
CTAB	364,46			0,30		22,0			0,3537				
Solución de contacto 2													
CTAB	364,46			0,60		44,2			0,3669				
Solución de contacto 3													
Cu	63,546	699	11,0	0,220	13,98	2,80	<0,05	<0,01	0,3680	1864	29,3	0,69	24,53
Zn	65,38	854	13,1	0,261	17,08	3,42	3,97	0,79	0,3680	136	2,1	0,05	1,47
CTAB				0,30		22,8							
Solución de contacto 4													
Cu	63,546	699	11,0	0,550	34,95	6,99	1,2	0,24	0,3767	3869	60,9	1,46	20,85
Zn	65,38	854	13,1	0,653	42,7	8,54	11,6	2,32	0,3767	111	1,7	0,04	0,49
CTAB				0,30		21,9							
Solución de contacto 5													
Cu	63,546	699	11,0	0,220	13,98	2,80	<0,05	<0,01	0,3687	1746	27,5	0,64	23,02
Zn	65,38	854	13,1	0,261	17,08	3,42	3,65	0,73	0,3687	95,3	1,5	0,04	1,03
CTAB				0,60		43,5							
Solución de contacto 6													
Cu	63,546	699	11,0	0,550	34,95	6,99	1,71	0,47	0,3620	4058	63,9	1,47	21,02
Zn	65,38	854	13,1	0,653	42,7	8,54	12	2,40	0,3620	75,4	1,2	0,03	0,32
CTAB				0,60		44,0							

Fig. 8

Tabla 9, ensayo de crecimiento de microbios en un tubo sobre lotes de ensayo de la Tabla 4 NWF-Quitosano + metales (individual), organismos de ensayo: Cepa de *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, temperatura de crecimiento: 30 °C

	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI
Ag 0,2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-/+
Ag 0,05 mM	-	-	-	-/+	+	+	+	+	+	+	+
Cu 0,2 mM	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+
Cu 0,05 mM	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Zn 0,2 mM	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Zn 0,05 mM	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Mn 0,2 mM	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Mn 0,05 mM	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Li 0,2 mM	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Li 0,05 mM	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Pieza en bruto	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

Nota: la NWF-Quitosano modificada con Ag a una concentración en una solución de contacto de 0,2 mM es efectiva con respecto al objetivo (ningún crecimiento en un medio de cultivo durante 10 días de incubación).

Fig. 9

Tabla 10, ensayo de crecimiento de microbios en un tubo sobre lotes de ensayo de la Tabla 5 NWF-Quitosano + metales (individual)/CTAB/(UV 16 horas), organismos de ensayo: Cepa de *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, temperatura de crecimiento: 30 °C

	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Ag 0,5 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ag 0,05 mM UV	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Cu 0,5 mM	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+
Cu 0,5 mM UV	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+
Zn 0,5 mM	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Zn 0,5 mM UV	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Mn 0,5 mM	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Mn 0,5 mM UV	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Li 0,5 mM	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Li 0,5 mM UV	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
CTAB 0,5 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Pieza en bruto	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

Nota: la NWF-Quitosano modificada con Ag a una concentración en una solución de contacto de 0,5 mM y con 0,2 mM de CTAB es efectiva con respecto al objetivo (ningún crecimiento en un medio de cultivo durante 10 días de incubación). Una irradiación de UV previa no conlleva modificaciones importantes.

Fig. 10

Tabla 11, ensayo de crecimiento de microbios en un tubo sobre lotes de ensayo de la Tabla 7 NWF-Quitosano + metales (mezcla), organismos de ensayo: Cepa de *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, temperatura de crecimiento: 30 °C

	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Ag 0,1 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Cu 0,1 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Zn 0,1 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ag 0,1 mM	-	-	-	-	-	-	-	-/+	+	+
Cu 0,2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Zn 0,2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Ag 0,05 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Cu 0,1 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Zn 0,1 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Ag 0,05 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Cu 0,2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Zn 0,2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Mn 0,2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Cu 0,2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Zn 0,2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
Pieza en bruto	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

Nota: la NWF-Quitosano modificada con Ag, Cu y Zn a una concentración en una solución de contacto de 0,1 es efectiva con respecto al objetivo (ningún crecimiento en un medio de cultivo durante 10 días). El lote con Ag 0,1 mM y Cu y Zn a 0,2 mM también revela un buen rendimiento, alcanzando 7 días de esterilidad en el tubo.

Fig. 11

Tabla 12, ensayo de crecimiento de microbios en un tubo sobre lotes de ensayo de la Tabla 7 NWF-Quitosano + metales (mezcla), organismos de ensayo: Cepa de *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, temperatura de crecimiento: 30 °C

	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Ag 0,05 mM	-	-	-	-/+	-/+	+	+	+	+	+
Cu 0,1 mM	-	-	-	-/+	-/+	+	+	+	+	+
Zn 0,1 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ag 0,025 mM	-	-	-	-	-	-	-/+	+	+	+
Cu 0,4 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Zn 0,4 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ag 0,025 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Cu 1 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Zn 1 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ag 0,025 mM	-	-	-	-	-	-	-/+	+	+	+
Cu 2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Zn 2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ag 0,01 mM Cu	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Zn 2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ag 0,05 mM	-	-	-	-	-	-/+	-/+	+	+	+
Cu 0,2 mM	-	-	-	-	-	-/+	-/+	+	+	+
Zn 0,2 mM	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Pieza en bruto	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

Nota: la NWF-Quitosano modificada con 0,025 mM de Ag, Cu y Zn a 1 mM y 0,01 mM de Ag; Cu y Zn a 2 mM es efectiva con respecto al objetivo (ningún crecimiento en un medio de cultivo durante 10 días de incubación). Por lo tanto es posible obtener una NWF modificada de esterilización, con concentraciones de Ag hasta 50 veces menores con respecto a los ensayos en los que sólo se usa Ag (véase la Tabla 10).

Fig. 12

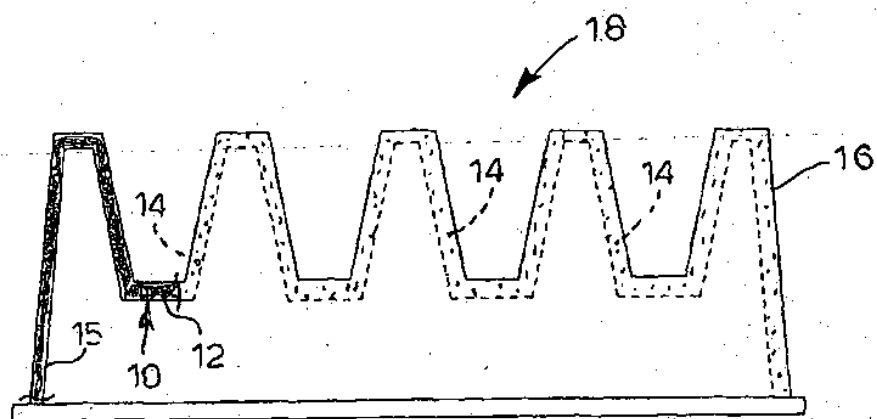


fig. 13

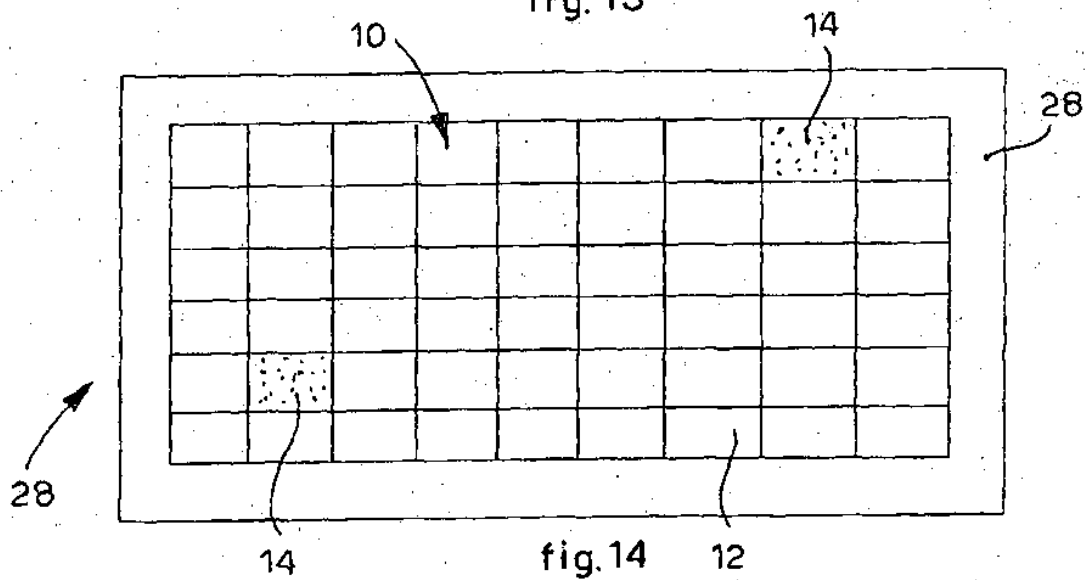


fig. 14

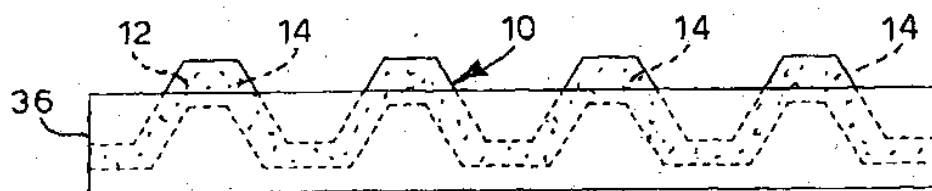


fig. 15