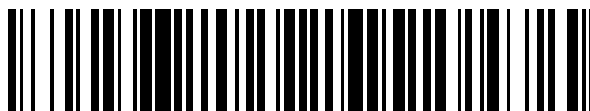


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 650 000**

51 Int. Cl.:

A01N 59/16 (2006.01)

C08J 7/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.07.2012 PCT/CZ2012/000068**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.03.2013 WO13029574**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.07.2012 E 12758990 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.09.2017 EP 2701515**

54 Título: **Método de inmovilización de nanopartículas de plata en sustratos sólidos**

30 Prioridad:

02.09.2011 CZ 20110549

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

16.01.2018

73 Titular/es:

**UNIVERZITA PALACKÉHO V OLOMOUCI (100.0%)
Křížkovského 8
771 47 Olomouc, CZ**

72 Inventor/es:

**ZBORIL, RADEK y
SOUKUPOVÁ, JANA**

74 Agente/Representante:

**INGENIAS CREACIONES, SIGNOS E
INVENCIONES, SLP**

Observaciones :

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

ES 2 650 000 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).

MÉTODO DE INMOVILIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA EN SUSTRATOS SÓLIDOS

DESCRIPCIÓN

Campo de la invención

5 La invención se refiere al método de inmovilización de nanopartículas de plata en sustratos sólidos con diferentes propiedades superficiales con aplicación potencial de los materiales compuestos preparados de esta manera para diversas aplicaciones donde se requiere la prevención de colonización microbiana superficial sin una liberación de nanopartículas de plata al entorno circundante.

Antecedentes de la invención

10 A lo largo de los últimos 20 años, las nanopartículas de plata han sido uno de los materiales más intensamente estudiados en diversos campos de aplicación de las nanotecnologías. Actualmente, las nanopartículas de plata se usan con mayor frecuencia en campos de aplicación en los que se requieren efectos antimicrobianos. Sin embargo, la aplicabilidad de este tipo de material está asociada con un amplio rango de inconvenientes. Más específicamente, existe una necesidad de aplicación de partículas en dimensiones en el rango de varias
15 decenas de nanómetros, de distribución de tamaño estrecho, bajo nivel de agregación y superficie activa accesible. Únicamente estas partículas muestran una alta eficacia antimicrobiana asociada con un área suficientemente alta que es accesible para la interacción con microbios. Para la mayoría de las aplicaciones prácticas desinfectantes y antimicrobianas, las nanopartículas de plata deben estar adecuadamente ancladas en un sustrato sólido para evitar la liberación incontrolada y la intoxicación del entorno circundante. Como
20 todos estos parámetros son de importancia clave, serán discutidos en detalle más adelante.

Los estudios relacionados con la prevención de colonización microbiana utilizando las nanopartículas de plata muestran que, para efectos antibacterianos y antimicóticos similares o mejores de las nanopartículas de plata en comparación con la plata de iones más tóxica, se necesitan concentraciones de nanopartículas de plata sustancialmente más lentas (Panacek A., Kvittek L., Pucek R., Kolar M., Vecerova R., Pizurova N., Sharma
25 V.K., Nevecna T., Zboril R. Silver Colloid Nanoparticles: Synthesis, Characterization, and Their Antibacterial Activity. J. Phys. Chem. B, 110 (2006)16248-16253; Panacek A., Kolar M., Vecerova R., Pucek R., Soukupova J., Krystof V., Hamal P., Zboril R., Kvittek L. Antifungal activity of silver nanoparticles against Candida spp. Biomaterials 30 (2009) 6333 - 6340). La resistencia de los tallos bacterianos a las nanopartículas de plata aún no ha sido divulgada. Si se supone que las nanopartículas de plata se deben aplicar en
30 aplicaciones de medicina, medio ambiente y desinfección en mayor medida, también deben ser estables desde el punto de vista de la agregación. La modificación superficial de partículas comúnmente aplicadas, que aumenta su estabilidad de agregación, no siempre da resultados deseados porque conduce a la pérdida del área superficial activa. Por lo tanto, es conveniente inmovilizar las partículas intencionalmente a un sustrato sólido requerido (catéter, hilo de cirugía, fibra textil, etc.) y, al mismo tiempo, para asegurar que las
35 partículas retienen el área superficial específica de contacto lo más grande posible, que es responsable de los efectos antimicrobianos.

En la actualidad, ya se han publicado algunos experimentos dirigidos a la inmovilización de nanopartículas de plata en diferentes sustratos utilizando polímeros enlazadores. A partir de trabajos ya publicados, el método de inmovilización puede ser dividido con respecto a la naturaleza de la interacción entre el polímero y las
40 nanopartículas de plata depositadas.

La mayoría de los artículos describen la inmovilización de partículas basada en la interacción electrostática de nanopartículas de plata principalmente sintetizadas y un polímero enlazador depositado en un sustrato sólido seleccionado. La interacción electrostática entre el polímero enlazador y la nanopartícula depende de la carga del polímero, su sustancia estructural y química. Entre los polímeros naturales empleados, se ha usado celulosa en la mayoría de los casos (Samir M.A.S.A., Alloin F., Gorecki W., Sanchez J.-Y., Dufresne A. Nanocomposite Polymer Electrolytes Based on Poly(oxyethylene) and Cellulose Nanocrystals. *J. Phys. Chem. B* 108 (2004) 10845 - 10852; Nadagouda M.N., Varma R.S. Synthesis of Thermally Stable Carboxymethyl Cellulose/Metal Biodegradable Nanocomposites for Potential Biological Applications. *Macromolecules* 8 (2007) 2762 - 2767; Fernández A., Picouet P., Lloret E. Cellulose-silver nanoparticle hybrid materials to control spoilage-related microflora in absorbent pads located in trays of fresh-cut melon. *Int. J. Food. Microbiol.* 142 (2010) 222 - 228). Entre los polímeros sintéticos probados, se logró la deposición exitosa de las nanopartículas de plata en superficies basadas en polietilenglicol-poliuretano-TiO₂ (Shah M.S.A.S., Nag M., Kalagara T., Singh S., Manorama S.V. Silver on PEG-PU-TiO₂ Polymer Nanocomposite Films: An Excellent System for Antibacterial Applications. *Chem. Mater.* 20 (2008) 2455 - 2460), superficie de nylon 6,6 (Perkas N., Amirian G., Dubinsky S., Gazit S., Gedanken A. Ultrasound-Assisted Coating of Nylon 6,6 with Silver Nanoparticles and Its Antibacterial Activity. *J. Appl. Polymer. Sci.* 104 (2007) 1423 - 1430), superficie de poliamida modificada con dopamina (Liao Y., Wang Y., Feng X., Wang W., Xu F., Zhang L. Antibacterial surfaces through dopamine functionalization and silver nanoparticle immobilization. *Mater. Chem. Phys.* 121 (2010) 534 - 540) o superficie de fibra de polimetilmetacrilato (Kong H., Jang J. Antibacterial Properties of Novel Poly(methyl methacrylate) Nanofiber Containing Silver Nanoparticles. *Langmuir* 24 (2008) 2051 - 2056). En todos los casos, las nanopartículas de plata se depositaron en la superficie usando la reducción de sal de plata, con mayor frecuencia de nitrato de plata, utilizando un agente reductor externo (tetrahidruoborato de sodio en la mayoría de los casos) o reducción físico-química debido al método térmico o de foto-irradiación. Todos los enfoques de inmovilización mencionados anteriormente basados en la interacción electrostática revelan muchas desventajas desde el punto de vista sintético o de aplicación. Ellas particularmente incluyen:

- a) la naturaleza no covalente de la consecuencia de la inmovilización puede ser la liberación de las nanopartículas al medio ambiente y los materiales compuestos no son adecuados para aplicaciones biológicas;
- b) necesidad de usar un agente reductor externo;
- c) necesidad de agregar estabilizadores que impidan la agregación de nanopartículas en la superficie del polímero;
- d) un factor bastante limitante de las síntesis mencionadas es que los agentes orgánicos (por ejemplo, entorno de alcohol, entorno de tetrahidrofurano) o condiciones experimentales bastante complicadas (por ejemplo, síntesis que dura 24 horas a una temperatura de 60 °C) tuvieron que ser utilizados en el proceso de preparación del material compuesto sobre la base de sustrato-polímero enlazador- nanopartícula de plata;
- e) ninguno de estos enfoques "electrostáticos" proporciona evidencia experimental sobre la posible aplicación universal en diversos sustratos de diferente naturaleza superficial.

Desde el punto de vista de la aplicación de enfoques de inmovilización en campos biológicos, medicina y con respecto a la ecotoxicidad potencial, es particularmente necesario eliminar las desventajas a) a e), es decir, el riesgo de liberar las nanopartículas al medio ambiente y la no universalidad del método. Hasta el momento,

solo hay un artículo publicado, que describe un sistema de sustrato sólido - polímero enlazador - nanopartículas de plata con anclaje covalente de las nanopartículas al polímero enlazador. Se utilizó un polímero basado en fosfotriazina como un polímero enlazador que sirve como agente reductor, así como una matriz para nanopartículas inmovilizadas covalentemente (Dallas P., Zboril R., Bourlinos A.B., Jancik D., Niarchos D., Panacek A., Petridis D. Cornet-like phosphotriazine/diamine polymer as reductant and matrix for the synthesis of silver nanocomposites with antimicrobial activity, Macromol. Mater. Eng., 295 (2010) 108-114). Este documento elimina las desventajas a), b) y c) porque las partículas están ancladas covalentemente y no se requieren agente reductor externo ni estabilizador. La posibilidad de aplicación universal en diferentes sustratos sólidos no está confirmada. Las otras desventajas incluyen la preparación costosa y compleja del polímero de bajo rendimiento y la toxicidad potencial de esta matriz de fosfotriazina. Por último, pero no menos importante desventaja, se ve en la morfología altamente específica del polímero en forma de cono que limita la aplicación universal en diferentes tipos de superficies.

Los siguientes documentos AYMONIER C ET AL: "HYBRIDS OF SILVER NANOPARTICLES WITH AMPHIPHILIC HYPERBRANCHED MACROMOLECULES EXHIBITING ANTIMICROBIAL PROPERTIES", CHEMICAL COMMUNICATIONS - CHEMCOM; ROYAL SOCIETY OF CHEMISTRY, GB, núm. 24, 21 Diciembre 2002, ISSN: 1359-7345 y US 2004/234604 A1, Mecking Stefan (DE) et al, 25 Noviembre 2004 describen un método para el recubrimiento de sustratos con híbridos de nanopartículas de plata y polietileniminas altamente ramificadas y anfífilicamente modificadas. Sin embargo, las nanopartículas de plata encapsuladas en el polímero se preparan antes de la aplicación sobre el sustrato y el polímero está parcialmente amidado.

Basándose en la descripción, se puede concluir que no existe en la actualidad ningún método universal de inmovilización covalente de las nanopartículas de plata en sustratos sólidos que ofrecería la preparación de una amplia gama de compuestos biocompatibles adecuados para tratamientos antimicrobianos de superficies en medicina, aplicaciones de medio ambiente y desinfección. La aplicabilidad de los enfoques preparados y publicados hasta el momento siempre está limitada por al menos una de dichas desventajas (de la a) a la e)); Sin embargo, su combinación se describe con más frecuencia.

Descripción de la invención

La invención se centra en una sugerencia de un método universal de inmovilización covalente de las nanopartículas de plata en sustratos sólidos con el uso de polietilenimina con estructura ramificada que también desempeña la función de una capa adhesiva y un agente reductor. Este método tiene como objetivo la eliminación de las desventajas de los enfoques de inmovilización antes mencionados descritos en los antecedentes de la invención.

Los inconvenientes mencionados son eliminados por la inmovilización de nanopartículas de plata sobre sustratos sólidos, el principio del que es que ocurre la inmovilización en dos pasos,

- 1) El sustrato seleccionado es modificado por polietilenimina (PEI) con estructura ramificada por simple inmersión del sustrato seleccionado en un baño que consiste en una solución acuosa de este polímero. Entonces el exceso se elimina de la superficie del sustrato después de retirarlo del baño.
- 2) El sustrato modificado PEI se sumerge en la solución de sal de plata donde procede la producción de las nanopartículas, debido a las propiedades de reducción de -NH y -NH₂ de grupos funcionales

poliméricos, y las nanopartículas permanecen inmovilizadas covalentemente en la capa adhesiva primaria de PEI de polietilenimina depositada.

5 El principal beneficio de la inmovilización en dos pasos de nanopartículas de plata en sustratos sólidos usando polietilenimina como enlazador adhesivo y reductor es que el recubrimiento primario de sustratos sólidos por polietilenimina ocurre seguido por la producción de nanopartículas de plata covalentemente ancladas en la superficie del polímero gracias al efecto reductor de sus grupos funcionales. Por lo tanto, no se liberan nanopartículas al entorno. Las nanopartículas inmovilizadas covalentemente en dos pasos, contrariamente a los métodos de un paso donde la superficie de la partícula está cubierta por polímero, mantienen una gran
10 superficie libre que puede ser utilizada para la interacción con microorganismos.

Favorablemente, el agua destilada se usa para lavar los sustratos sólidos que contienen las nanopartículas de plata inmovilizadas.

La reducción de los iones de plata que se producen sin un agente reductor externo que usa solo una ligera activación de temperatura es considerada como otro aspecto favorable. La reducción e inmovilización actuales
15 tienen lugar a una temperatura de 60 °C y durante 20 minutos. La síntesis del compuesto se completa con el lavado repetido del compuesto sustrato - PEI - nanoplata con agua, lo que elimina el exceso potencial de plata de iones provenientes del precursor.

El procedimiento descrito para la inmovilización de nanopartículas de plata tiene los siguientes beneficios:

- 20 a) se produce la inmovilización covalente de nanopartículas y se minimiza el riesgo de su liberación al medio ambiente;
- b) el método de inmovilización propuesto no utiliza un agente reductor externo porque los grupos funcionales en el PEI desempeñan el papel;
- c) el método de inmovilización propuesto no usa un estabilizador porque no se produce agregación superficial de partículas debido a la inmovilización covalente;
- 25 d) el método propuesto es muy barato, no exigente y rápido con respecto a los experimentos, se produce en condiciones acuosas y no se utilizan sustancias tóxicas;
- e) el método es demostrablemente universal y aplicable para la modificación de diversos tipos de superficies, incluidos los plásticos, las fibras textiles y las fibras de filtro.

30 Además de la eliminación de todas las desventajas de otros procedimientos de inmovilización publicados y propuestos, el procedimiento propuesto tiene obviamente las siguientes ventajas de aplicación:

- f) no toxicidad y biocompatibilidad del PEI;
- g) excelentes propiedades de adhesión del PEI a cualquier sustrato sólido;
- h) uso favorable del PEI con estructura ramificada y alta altura molecular que, con respecto a un alto
35 número de grupos funcionales en la cadena, permite la producción de pequeñas nanopartículas de distribución de tamaño uniforme y homogéneo en la superficie del sustrato; el tamaño promedio de las partículas de plata producidas de esta manera es de aproximadamente 40 nm (independientemente de la naturaleza del sustrato sólido) y las partículas de este tamaño proporcionan un alto efecto antibacteriano;

i) el empleo del método de inmovilización en dos pasos también es favorable. En el caso de los procedimientos que aparecen comúnmente en la literatura, donde se usa el polímero para la reducción de iones de plata sin recubrimiento primario sobre un sustrato sólido, recubrimiento significativo de la superficie de las nanopartículas de plata reducidas por polímero seguido de la inactivación de la superficie desde el punto de vista antimicrobiano. Sin embargo, también puede ocurrir un efecto similar en el caso de la inmovilización en un solo paso sobre un sustrato sólido, a menos que se elimine un exceso de polímero. Obviamente, la inmovilización en dos pasos permite claramente la producción de nanopartículas con una superficie predominantemente libre y una eliminación sin fisuras del exceso de polímero y plata.

Descripción de los dibujos en las figuras

La invención se describirá y explicará en detalle en base a los dibujos adjuntos, donde la Fig. 1 muestra el espectro de absorción UV / VIS de la dispersión acuosa diluida 10x de las nanopartículas de plata producidas por reducción de iones de plata de PEI sin el uso de un agente reductor externo. El pico de absorción a aprox. 400 nm se puede atribuir a las nanopartículas de plata; la Fig. 2 muestra el espectro Raman mejorado en superficie de polietilenimina (curva negra) y muestra que contiene nanopartículas de plata preparadas usando el método propuesto, que usa polietilenimina ramificada así como un agente reductor que permite la reducción de la sal de plata usada y la inmovilización covalente simultánea en el lugar de grupos funcionales. A aproximadamente 245 cm^{-1} , emerge un pico correspondiente a la existencia del enlace Ag-N y atestiguando una naturaleza covalente del enlace; la Fig. 3 muestra una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM), que demuestra la inmovilización de nanopartículas de plata sobre la superficie de una tela no tejida usando el método propuesto. La imagen confirma la producción de partículas muy finas (aproximadamente 40 nm) de distribución de tamaño muy estrecha y con una cobertura homogénea de la superficie de la fibra; la Fig. 4 muestra una imagen de microscopio electrónico de barrido, que demuestra la inmovilización de nanopartículas de plata en la superficie de fibra filtrante a base de poliéster (a la izquierda) y, para comparar (a la derecha), hay una imagen de la superficie de una fibra no modificada; la Fig. 5 muestra fotografías de granulado de plástico de polimetilmetacrilato (PMMA) sobre el cual se probó la eficacia de la inmovilización covalente de nanopartículas de plata, usando el método propuesto. A la izquierda - granulado no modificado; en el medio - granulado con la nanoplatina inmovilizada (la decoloración amarillo-naranja se atribuye a las nanopartículas de plata de tamaños de varias decenas de nm); a la derecha - un detalle de nanopartícula de Ag de aprox. 30 nm de diámetro unido a la superficie del granulado; y la Fig. 6 muestra imágenes SEM de las nanopartículas de Ag inmovilizadas covalentemente en superficie de grafeno utilizando el método de dos etapas propuesto.

Descripción de realizaciones

El método de inmovilización de nanopartículas de plata sobre sustratos sólidos, usando polietilenimina como adhesivo y enlazador reductor, se explicará en ejemplos de realización individuales. Obviamente, estos ejemplos son realizaciones indicativas de la aplicación de los principios detrás de esta invención.

La producción del material compuesto en base a sustrato - polímero enlazador - nanopartículas de plata que se inmoviliza covalentemente consta de dos etapas. En el primer paso, el sustrato seleccionado se modifica por polietilenimina (PEI) con estructura ramificada sumergiéndolo en un baño de solución acuosa de este

polímero. Debido a las excelentes propiedades de adhesión, el polímero produce una capa delgada y compacta firmemente unida a la superficie del sustrato.

Después de retirarlo del baño, el exceso de polímero se elimina de la superficie con agua destilada. Durante el segundo paso, el sustrato modificado PEI se sumerge en la solución de sal de plata y debido a las propiedades de reducción de los grupos funcionales del polímero, es decir, -NH y -NH₂, se producen las nanopartículas y permanecen inmovilizadas covalentemente a la capa adhesiva de PEI de polietilenimina principalmente creada.

El hecho de que se produzca un efecto reductor de los grupos funcionales PEI y de que no se requieran agentes reductores externos para el método de inmovilización propuesto es obvio a partir del espectro UV / VIS en la Fig. 1 donde el pico de absorción observado a aprox. 400 nm se puede atribuir a las nanopartículas de plata. El hecho de que la inmovilización covalente ocurra también puede demostrarse mediante el espectro Raman del material compuesto en la Fig. 2, donde aparece un pico a 245 cm⁻¹, correspondiente al enlace Ag-N, que demuestra la naturaleza covalente de la interacción de las nanopartículas con el polímero enlazador. El hecho de que el método permita la inmovilización de partículas ultrapequeñas de distribución de tamaño estrecha se demuestra mediante las imágenes de microscopio electrónico en las Fig. 3 y 4 (izquierda). La distribución homogénea de partículas en la superficie de ambos sustratos sin ninguna indicación de la aparición de agregados más grandes demuestra claramente una inmovilización covalente sin necesidad de utilizar un estabilizador externo. Tanto en el caso de tela no tejida modificada PEI-Ag como en el caso de fibra filtrante de poliéster modificada PEI-Ag, las pruebas de tensión de carga mecánica (fricción mecánica repetida en entorno acuoso) no revelaron liberación de nanopartículas al sistema según los espectros UV / VIS de las soluciones después de la retirada de fibras donde un plasmón superficial ha estado ausente, es decir un pico de absorción a aprox. 400 nm correspondiente a la presencia de nanopartículas. La versatilidad del método también se puede demostrar mediante la inmovilización covalente de nanopartículas de Ag en la superficie del granulado de plástico de polimetacrilato. La decoloración de la superficie modificada con PEI-Ag en la Fig. 5 en el medio es normal para la producción de nanopartículas de Ag como lo demuestra la imagen del microscopio electrónico de barrido (a la derecha). El método puede aplicarse también para la inmovilización en la superficie de nanoplata a la superficie de nanoestructuras 2D como se muestra en la Fig. 6, que demuestra la distribución homogénea de nanopartículas de plata inmovilizadas covalentemente en la superficie de la lámina de grafeno modificada por PEI con estructura ramificada en el primer paso.

30 Aplicación industrial

La inmovilización covalente en dos pasos de nanopartículas de plata usando PEI, universalmente aplicable a cualquier sustrato sólido, es particularmente perfectamente aplicable especialmente en áreas donde se necesita la prevención de colonización microbiana superficial sin un riesgo de liberación de nanopartículas de plata al entorno circundante. Esto incluye particularmente el tratamiento superficial antibacteriano y antifungoso de materiales y equipos utilizados en medicina, materiales de filtración, nanomateriales y otros materiales que requieren tratamiento de desinfección (por ejemplo, recubrimiento antibacteriano de la superficie de los catéteres, hilos de cirugía, fibras filtrantes, nanomateriales y otros materiales utilizados en medicina y aplicaciones de desinfección).

Bibliografía

- Dallas P., Zboril R., Bourlinos A.B., Jancik D., Niarchos D., Panacek A., Petridis D. Cornet-like phosphotriazinediamine polymer as reductant and matrix for the synthesis of silver nanocomposites with antimicrobial activity, *Macromol. Mater. Eng.*, 295 (2010) 108-114.
- 5 Fernández A., Picouet P., Lloret E. Cellulose-silver nanoparticle hybrid materials to control spoilage-related microflora in absorbent pads located in trays of fresh-cut melon. *Int. J. Food. Microbiol.* 142 (2010) 222 - 228.
- Kong H., Jang J. Antibacterial Properties of Novel Poly(methyl methacrylate) Nanofiber Containing Silver Nanoparticles. *Langmuir* 24 (2008) 2051 - 2056. Liao Y., Wang Y., Feng X., Wang W., Xu F., Zhang L. Antibacterial surfaces through dopamine functionalization and silver nanoparticle immobilization. *Mater. Chem. Phys.* 121 (2010) 534 - 540.
- 10 Nadagouda M.N., Varma R.S. Synthesis of Thermally Stable Carboxymethyl Cellulose/Metal Biodegradable Nanocomposites for Potential Biological Applications. *Macromolecules* 8 (2007) 2762 - 2767. Panacek A., Kvitek L., Pucek R., Kolar M., Vecerova R., Pizurova N., Sharma V.K., Nevecna T., Zboril R. Silver Colloid Nanoparticles: Synthesis, Characterization, and Their Antibacterial Activity. *J. Phys. Chem. B*, 110 (2006)16248-16253.
- 15 Panacek A., Kolar M., Vecerova R., Pucek R., Soukupova J., Krystof V., Hamal P., Zboril R., Kvitek L. Antifungal activity of silver nanoparticles against *Candida* spp. *Biomaterials* 30 (2009) 6333 - 6340. Perkas N., Amirian G., Dubinsky S., Gazit S., Gedanken A. Ultrasound Assisted Coating of Nylon 6,6 with Silver Nanoparticles and Its Antibacterial Activity. *J. Appl. Polymer. Sci.* 104 (2007) 1423 - 1430. Samir M.A.S.A., Alloin F., Gorecki W., Sanchez J.-Y., Dufresne A. Nanocomposite Polymer Electrolytes Based on
- 20 Poly(oxyethylene) and Cellulose Nanocrystals. *J. Phys. Chem. B* 108 (2004) 10845 - 10852.
- Shah M.S.A.S., Nag M., Kalagara T., Singh S., Manorama S.V. Silver on PEG-PU-TiO₂ Polymer Nanocomposite Films: An Excellent System for Antibacterial Applications. *Chem. Mater.* 20 (2008) 2455 - 2460.

REIVINDICACIONES

1. El método de inmovilización de nanopartículas de plata en sustratos sólidos caracterizado porque la inmovilización se produce en dos pasos, donde en el primer paso el sustrato seleccionado se modifica por polietilenimina (PEI) con estructura ramificada mediante una simple inmersión del sustrato seleccionado en un baño que consiste de solución acuosa de este polímero y luego, el exceso se lava de la superficie del sustrato después de su retirada del baño y el sustrato de PEI modificado se sumerge en el segundo paso en solución de sal de plata donde procede la producción de las nanopartículas debido a las propiedades de reducción de los grupos funcionales, -NH y -NH₂, presentes en el polímero y las nanopartículas permanecen inmovilizadas covalentemente en la capa adhesiva de PEI de polietilenimina primariamente depositada.
2. El método de la inmovilización de nanopartículas de plata en sustratos sólidos de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el agua destilada se usa para lavar.

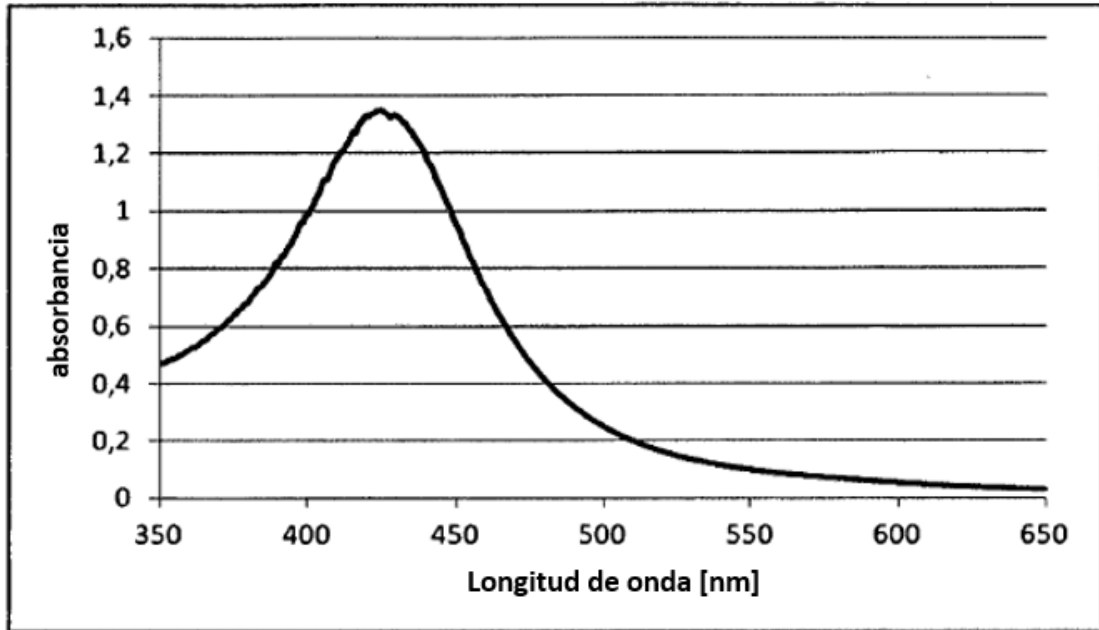


Fig. 1.

excitación de 488 nm; ranura de 1000 micrones; 5 microW en la muestra; objetivo 50

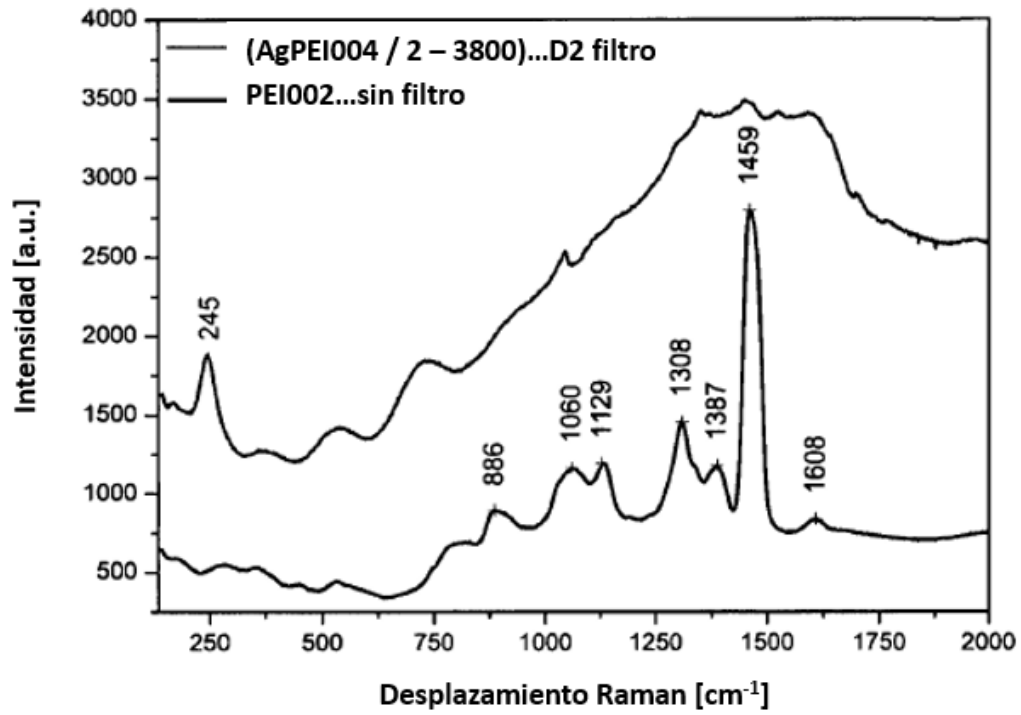


Fig. 2

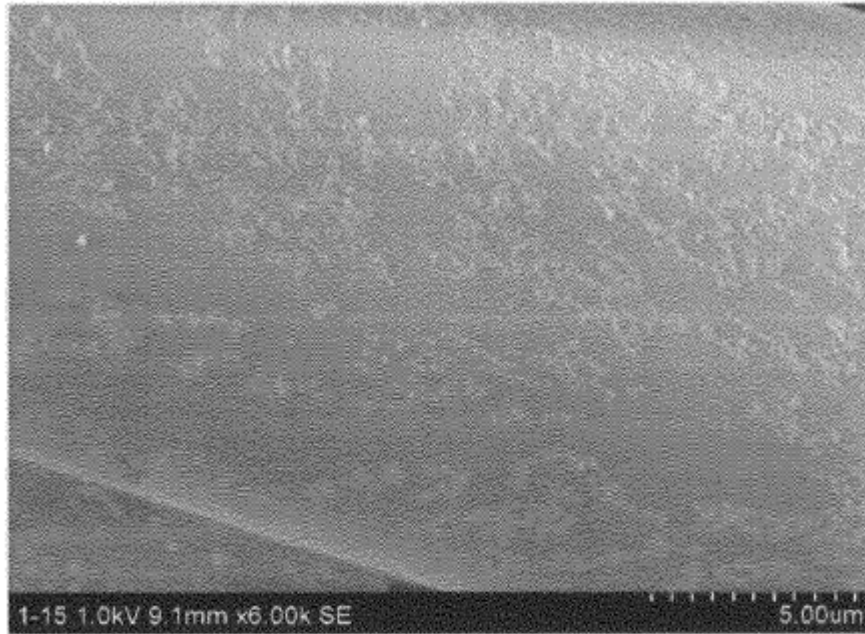


Fig. 3

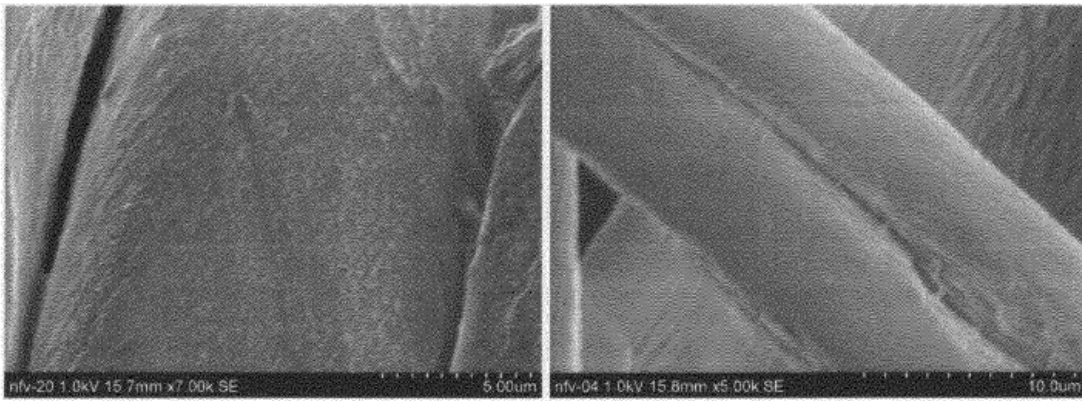


Fig. 4



Fig. 5



Fig. 6