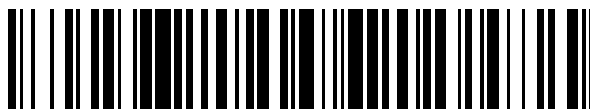


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 659 882**

51 Int. Cl.:

C02F 1/28 (2006.01)
C23C 14/04 (2006.01)
C23C 16/04 (2006.01)
A01N 25/08 (2006.01)
A01N 25/34 (2006.01)
C23C 14/18 (2006.01)
C23C 14/22 (2006.01)
C02F 1/00 (2006.01)
C02F 103/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.07.2010 PCT/FR2010/051478**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **20.01.2011 WO11007097**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.07.2010 E 10752010 (8)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.11.2017 EP 2454199**

54 Título: **Cuerpo poroso de descontaminación de un fluido, y procedimiento para su obtención**

30 Prioridad:

13.07.2009 FR 0954861

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

19.03.2018

73 Titular/es:

**DIOUM, SERIGNE (100.0%)
123 rue Gustave Flaubert
45100 Orléans, FR**

72 Inventor/es:

DIOUM, SERIGNE

74 Agente/Representante:

AZNÁREZ URBIETA, Pablo

Observaciones:

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

ES 2 659 882 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

CUERPO POROSO DE DESCONTAMINACION DE UN FLUIDO,
Y PROCEDIMIENTO PARA SU OBTENCION

5 La presente invención se refiere a un producto de descontaminación de un fluido. Se refiere igualmente a un procedimiento para la obtención de este producto.

Los productos conocidos de descontaminación del agua actúan por filtración. Los carbones activados, las arenas y otros cuerpos porosos por ejemplo, tienen muy buenas capacidades de filtración resultando de su importante superficie específica externa e interna que permite una gran adsorción. El principal inconveniente de estos productos proviene del hecho de que no tienen efecto bactericida o al menos bacteriostático combinado con su simple poder de filtración mecánica. Al contrario, resultan ser incluso unos nidos perfectos para bacterias y no garantizan la potabilidad del agua filtrada. Por lo tanto no permiten evitar la adición de desinfectantes químicos (cloro, peróxidos, etc.), en el proceso de tratamiento de aguas.

También se conocen productos para el tratamiento bactericida del agua constituidos por carbón activado impregnado con plata bajo la forma de sales. Estos productos de tratamiento se obtienen en particular mediante inmersión del carbón activado en una solución de nitratos y otras sales de plata. Un producto de este tipo esta por ejemplo descrito en la patente publicada bajo el número FR 2585694. Este producto tiene inconvenientes debido a que una liberación de plata y de nitratos en el agua tratada es inevitable: unos nitratos se quedan presentes en el producto obtenido y la plata añadida según este procedimiento solo está relacionada con el cuerpo poroso mediante unos uniones químicos débiles de tipo uniones de Van der Waals.

Por otro lado, en este documento FR 2,585,694 y también en la patente publicada bajo el número 4,407,865 US, esta previsto metalizar el carbón activado con metal de plata, en caliente, en una cámara con una atmósfera inerte donde un alto vacío es eventualmente efectuado. En esta cámara, la plata es evaporada para poder penetrar el carbón. Este procedimiento permite una buena difusión de la plata en los poros del carbón pero el mal enganche de la plata con el carbono conlleva de nuevo una liberación de la plata en el agua tratada. Además, el producto obtenido es más friable y se desgasta con el paso del agua. Esta aplicación no permite obtener un producto estable y su obtención de manera industrial es difícil.

Más recientemente, la contribución de las nanotecnologías ha permitido considerar el desarrollo de nanomateriales, o de materiales en los cuales al menos uno de los constituyentes está presente a escala nanométrica, que unas propiedades específicas y remarcables hacen que sean particularmente adecuados para aplicaciones especialmente en la lucha para la protección del medio ambiente o para la descontaminación. En el campo de tratamiento de los fluidos, y del agua en particular, las investigaciones han aportado algunas evoluciones tanto en el campo de la filtración (ultrafiltración a través de membranas de nueva generación) como en el campo del tratamiento bactericida o al menos bacteriostático de fluidos, o en el campo del tratamiento para la degradación de contaminantes químicos especialmente para las nanopartículas metálicas.

Por ejemplo, un filtro eliminador de pesticidas basado en la química de las nanopartículas ha sido desarrollado en el Instituto Indio de Tecnología NT (por sus siglas en inglés "Indian Institute of Technology") de Chennai. Esta aplicación resulta de la observación de que los hidrocarburos halogenados tales como el tetracloruro de carbono se descomponen en halogenuros metálicos y en carbono amorfo como continuación a unas reacciones con el oro y unas nanopartículas de plata. Pero este filtro no tiene un efecto bactericida o bacteriostático.

Por ejemplo también, la unidad de Nano-Fotocida (marca registrada) cuya tecnología fue desarrollada por la Universidad de Hong-Kong, basa su principio de funcionamiento en la acción de una radiación ultravioleta de baja potencia y actuando la activación de un dióxido de titanio como un catalizador en su superficie en presencia de aire o de agua para generar los radicales hidroxilos que oxidan ciertos contaminantes como las bacterias y los virus, proporcionando como producto resultante de estas reacciones dióxido de carbono y agua. Se nota sin embargo, que esta reacción produce dióxido de carbono y no es ideal cuando este gas con efecto invernadero es objeto de atención enfocada a la reducción de sus emisiones.

Finalmente, unas investigaciones están actualmente en curso, especialmente en la universidad RICE de Houston en los Estados Unidos de América, sobre las nanopartículas bimetalicas y sus capacidades para degradar los aromatos orgánicos y los pesticidas contenidos en las aguas subterráneas bajo la acción de una radiación ultravioleta.

Sin embargo, los procedimientos que mejor se controlan hoy en día de inyección de átomos metálicos sobre los cuerpos porosos en medio plasma permiten proporcionar unos productos que no producen ya liberación metálica gracias al establecimiento de uniones químicas fuertes entre los átomos metálicos inyectados y la superficie específica del cuerpo poroso.

Se entiende por "unión química fuerte", cualquier unión que involucra un unión química que resulta de la acción de fuerzas intramoleculares: en esta categoría entran los uniones covalentes (comparten una nube de electrones entre dos átomos), los uniones iónicos (transferencia de al menos un electrón de un átomo hacia otro), o aún uniones a niveles de potencia más elevados de uno o más electrones. Por el contrario, una unión química débil resulta de la acción de fuerzas intramoleculares, es decir, de fuerzas de interacciones eléctricas de baja intensidad entre átomos, moléculas o cristales: en esta categoría entran también las uniones de tipo Van der Waals en los cuales ningún electrón se pone en común entre átomos.

La invención se aplica entonces más particularmente a un producto del tipo mencionado anteriormente, que comprende por un lado, un cuerpo poroso que tiene una superficie específica externa e interna y, por otro lado, una capa metalizada de espesor como máximo nanométrico que cubre al menos una parte de la superficie específica externa e interna del cuerpo poroso, comprendiendo la capa metalizada al menos un metal ligado al cuerpo poroso por unos uniones químicos que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares.

Tal producto es descrito en la patente publicada bajo el número EP0 979212. Este producto presenta un cuerpo poroso y una capa metálica uniformemente distribuida sobre toda la superficie específica externa e interna del cuerpo poroso, en la cual los átomos de metal se unen a la superficie externa e interna del cuerpo poroso por unas uniones covalentes. La utilización de este producto para el tratamiento de un fluido tal como el agua, valida su potencial bactericida.

Sin embargo, puede ser deseable diseñar un producto de descontaminación de un fluido que permita mejorar todavía más el tratamiento de este fluido.

La invención por lo tanto se refiere a un producto de descontaminación de un fluido, que comprende, por un lado, un cuerpo poroso que comprende un componente carbonado y que presenta una superficie específica externa e interna y, por otro lado, una capa metalizada de espesor como máximo nanométrico que cubre al menos una parte de la superficie específica externa e interna del cuerpo poroso, comprendiendo la capa metalizada al menos un metal pesado y silicio unidos al componente carbonado del cuerpo poroso por los uniones químicos que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares, de manera a constituir unos componentes de tipo carburos de siliciuros metálicos. El metal pesado es de masa atómica superior o igual a la del cobre.

Parece que la adición de silicio en la capa metalizada unido al cuerpo poroso por unos uniones fuertes proporciona al producto unas nuevas propiedades inesperadas, particularmente en términos de radiación electromagnética, de transferencia de potencia hacia el fluido tratado y de catálisis energética en los procesos de degradación de contaminantes químicos tales como ciertos hidrocarburos y otros pesticidas, mientras conservan sus propiedades bactericidas.

Opcionalmente, los carburos de siliciuros metálicos se revelan a un nivel de potencia aproximadamente igual a 283 eV.

Opcionalmente también, al menos una parte del silicio está también unida a al menos una parte del metal pesado de la capa metalizada por unos uniones químicos que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares.

Opcionalmente también, la capa metalizada comprende entre otros, unos componentes que comprenden unos átomos de carbono, de silicio y de metal pesado unidos entre sí por unas uniones químicas de tipo uniones covalentes.

Opcionalmente también, el cuerpo poroso comprende al menos uno de los elementos del conjunto constituido por un polvo de carbono, de grafito, de carbón activado, de arena y de zeolita.

Opcionalmente también, la capa metalizada cubre parcialmente la superficie específica externa e interna del cuerpo poroso mediante la formación de agregados.

La invención también tiene por objeto un procedimiento para la obtención de un producto de descontaminación de un fluido, que comprende una etapa de tratamiento de un cuerpo poroso que comprende un componente carbonado y que presenta una superficie específica externa e interna en un reactor de deposición de plasma de gas inerte y de descarga de radiofrecuencia, siendo dicho reactor de deposición de tipo diodo, de una potencia eléctrica aproximadamente igual a 10 kW, acoplada a una caja de sintonía de impedancia de tipo RLC, mediante:

- inmersión del cuerpo poroso en el plasma de gas inerte con una fuente de metal pesado de masa atómica superior o igual a la del cobre y una fuente de silicio, a continuación

- inyección de este metal pesado y de este silicio, en el plasma de gas inerte, sobre al menos una parte de la superficie externa e interna del cuerpo poroso mediante bombardeo de iones de gas inerte del plasma en las fuentes de metal pesado y de silicio, de manera que forme una capa metalizada de espesor como máximo nanométrico que recubra al menos una parte de la superficie específica externa e interna del cuerpo poroso, comprendiendo así dicha capa metalizada, en interacción con el cuerpo poroso, unos componentes de tipo carburo de siliciuros de metal en los cuales el metal pesado y el silicio de la capa metalizada están unidos al componente carbonado del cuerpo poroso mediante uniones químicas que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares,

en el cual la temperatura de excitación del plasma se lleva a entre 5000 y 7000 K durante la etapa de tratamiento.

La invención también tiene por objeto un procedimiento para la obtención de un producto de descontaminación de un fluido, que comprende:

- una etapa preliminar de funcionalización de un cuerpo poroso que comprende un componente carbonado y presenta una superficie específica externa e interna en un reactor de lecho fluidizado de chorro de bajo presión, especialmente comprendida entre 5 y 500 Pa, de plasma frío de gas

inerte y de descarga inductiva, y

- una etapa de tratamiento del cuerpo poroso en un reactor de deposición de plasma de gas inerte y de descarga de radiofrecuencia, por:

* inmersión del cuerpo poroso en el plasma de gas inerte con una fuente de metal pesado de masa atómica superior o igual a la del cobre y una fuente de silicio, a continuación

* inyección de este metal pesado y de este silicio, en el plasma de gas inerte, sobre al menos una parte de la superficie externa e inerte del cuerpo poroso por bombardeo de iones de gas inerte del plasma sobre las fuentes de metal pesado y de silicio, de manera que forme una capa metalizada de espesor como máximo nanométrico que recubre al menos una parte de la superficie específica externa e interna del cuerpo poroso, comprendiendo así dicha capa metalizada, en interacción con el cuerpo poroso, unos componentes de tipo carburos de siliciuros de metal en los cuales el metal pesado y el silicio de la capa metalizada están unidos al componente carbonado del cuerpo poroso mediante uniones químicas que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares.

La invención se entenderá mejor con la ayuda de la siguiente descripción proporcionada solamente a título de ejemplo y refiriéndose a los dibujos adjuntos en los cuales:

- la figura 1 representa esquemáticamente la estructura de una porción de producto de aminación de un fluido según la invención.

- la figura 2 representa esquemáticamente la estructura general de una instalación para el desarrollo de un procedimiento de obtención del producto de la figura 1, y

- las figuras 3 y 4 representan, en forma diagramática, los niveles energéticos medidos de fluidos o no por una unidad de filtración que comprende un producto según la invención.

El producto 10 de descontaminación de un fluido representado parcial y esquemáticamente en la figura 1 comprende un cuerpo poroso 12 que presenta una superficie específica externa e interna 14 de una superficie de manera que le proporcione un poder de filtración importante. En un procedimiento de realización preferido de la invención, el cuerpo poroso comprende un componente carbonado tal como polvo o unos gránulos de carbono, por ejemplo de granulometría media comprendida entre 0.5 y 1 mm, grafito bajo la forma de lámina o barra, carbón activado, tejidos o fibras de carbono activado o una combinación de estos elementos. También puede incluir otros componentes, especialmente unos componentes que comprendan silicio, tal como arenas o zeolita. Sin tratamiento especial, este cuerpo poroso presenta ya virtudes filtrantes pero no bactericidas o bacteriostáticas.

Seguendo un tratamiento tal como por ejemplo el que se detalla en la figura 2, el producto 10 comprende además una capa metalizada 16 de espesor como máximo nanométrico que recubre al menos una parte de la superficie específica externa e interna 14 del cuerpo poroso 12. Se entiende por "espesor como máximo nanométrico" un espesor que no exceda unos nanómetros, o que permanezca esencialmente en unas dimensiones inferiores al nanómetro.

La capa metalizada comprende metal, por ejemplo plata, pero también silicio. Los átomos Ag y Si de estos componentes están unidos al cuerpo poroso 12 por uniones químicas fuertes, es decir, conforme a la definición que se ha dado previamente, por unas uniones químicas que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares. Algunos átomos de plata Ag y de silicio Si de la capa metalizada 16 pueden también estar unidos entre sí mediante uniones químicas que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares.

El producto mostrado en la figura 1, proporcionado a título de ejemplo no limitativo, presenta una capa metalizada utilizando plata pero cualquier otro metal pesado o combinación de metales pesados (por ejemplo bimetales), que incluyan en particular oro, cobre y zinc, también es adecuada. De manera más general, se entiende por "metal pesado" cualquier metal de masa atómica superior o igual a la del cobre. También sería conveniente el níquel: estando generalmente considerado este último como alergénico y cancerígeno, pero en el producto 10, estaría presente en cantidades tan ínfimas que no tendría efectos nocivos.

Así constituido, el producto 10 está compuesto principalmente de carbono y comprende en cantidades muy pequeñas silicio y un metal pesado, preferiblemente bajo una forma muy pura. La pureza del metal es por ejemplo del orden de N6, es decir, igual al 99.9999%. Además, el procedimiento de obtención de este producto que se detallará en la figura 2 permite la deposición de una capa metalizada con uniones químicas fuertes que incluyen el metal bajo una forma no oxidada (forma de Ag^0 en el caso de utilizar la plata).

Esta capa metalizada con la ayuda de la plata y con uniones químicas fuertes entre la plata, el silicio y el cuerpo poroso proporciona al producto 10 una propiedad bactericida por catálisis energética con reacciones de oxidación, o al menos una propiedad bacteriostática.

Mediante aplicación del procedimiento de obtención que será descrito en la Figura 2, la capa metalizada 16 comprende ventajosamente, en interacción con el cuerpo poroso 12, unos componentes del tipo carburos de siliciuros metálicos, especialmente revelados por un nivel de potencia aproximadamente igual a 283 eV. La obtención de estos componentes de estructura molecular muy estable y por lo tanto sólida, indica que las uniones químicas entre el metal, el silicio y el cuerpo poroso (especialmente el elemento carbono del cuerpo poroso)

son muy fuertes, en particular más fuertes que las uniones covalentes o iónicas. De este modo, el producto 10 no se arriesga a perder uno de sus constituyentes cuando se usa en el tratamiento de un fluido como el agua por ejemplo, y al no comprender el riesgo de una nueva liberación de nanopartículas aunque su capa metalizada sea de espesor nanométrico, es totalmente adaptado a las aplicaciones de potabilización y otras industrias agroalimentarias que requieren la purificación de fluidos.

La capa metalizada 16 puede también incluir componentes que comprenden átomos de carbono, de silicio y de metal unidos entre sí por unas uniones químicas de tipo uniones covalentes.

Finalmente, en un procedimiento de realización preferido, la capa metalizada 16 solo recubre parcialmente la superficie específica externa e interna 14 del cuerpo poroso 12 por formación de agregados. De esta forma, los poros (que incluyen microporos) del cuerpo poroso, donde los sitios activos pueden participar en los intercambios iónicos, en la absorción y en las reacciones catalíticas, no están completamente tapados por la capa metalizada 16.

La instalación 20 mostrada en la figura 2 es adecuada para la puesta en funcionamiento de un método de obtención de un producto 10 descrito anteriormente. La ilustración es meramente esquemática y no tiene que tomarse en cuenta por sus proporciones.

Comprende un primer reactor de funcionalización de plasma 22 conectado a un segundo reactor 24 de deposición de plasma fuera de equilibrio por un conducto 26 provisto de un sistema de transferencia que comprende también una válvula 28. El control de este sistema de transferencia y de esta válvula 28 permite el paso de una placa 30 del interior del primer reactor 22 hacia el interior del segundo reactor 24. En cada reactor, un medio de plasma se genera entre los electrodos 32 y el cuerpo poroso 10, dispuesto sobre la placa 30, es sumergido en este plasma.

Más específicamente, según un procedimiento de obtención del producto 10, en el transcurso de una primera etapa de funcionalización 100, se sumerge el cuerpo poroso 12 en el plasma del primer reactor 22. Este reactor 22 es de lecho fluidizado que brota a baja presión, preferiblemente a una presión comprendida entre 5 y 500 Pa, con plasma frío de gas inerte y con descarga inductiva. El gas inerte empleado es por ejemplo el argón. Durante esta primera etapa 100, el cuerpo poroso 12 es bombardeado con iones de argón, lo que tiene por efecto, en primer lugar, de deshacerse de las impurezas, pero también de expandir su superficie activa mediante aumento de su superficie específica externa e interna y la creación de sitios de anclaje.

Los parámetros de funcionamiento de la etapa 100 pueden ser los siguientes:

- flujo de argón: variable y dependiendo del tipo de material utilizado,
- presión en el reactor: de 5 a 500 Pa,
- temperatura en el reactor: temperatura clásica en medio de plasma frío,
- potencia de excitación del plasma: entre 100 y 400 W, 400 W, por ejemplo, y
- duración de la etapa de funcionalización: 5 min.

Durante una segunda etapa de deposición 102, el cuerpo poroso 12 es sumergido en el plasma del segundo reactor 24, por ejemplo mediante apertura de la válvula 28 y control del sistema de transferencia, es decir, mediante el desplazamiento de la placa 30 a través del conducto 26. Este reactor 24 es de tipo diodo, de una potencia eléctrica aproximadamente igual a 10 kW, acoplado a una caja de sintonía de impedancia de tipo RLC, con plasma caliente de gas inerte y con descarga de radiofrecuencia. El gas inerte empleado es por ejemplo también el argón. Este reactor de deposición 24 comprende entre otros unas fuentes de plata y de silicio. La fuente de plata comprende por ejemplo uno o varios hilos de plata, o una placa o lámina de plata, dimensionadas para no alterar el medio del plasma generado en el reactor 24. La fuente de silicio comprende por ejemplo una placa o una pieza de cuarzo del tamaño y forma también elegidos para no alterar el medio de plasma.

Alternativamente, la fuente de silicio puede provenir del mismo cuerpo poroso 12, si éste lo contiene, especialmente cuando comprende arena o zeolita. Por ejemplo, el cuerpo poroso puede estar constituido por una combinación de carbón activado y de zeolita. La zeolita es, desde el punto de vista de su estructura compleja, un polímero inorgánico cristalino basado en una serie tridimensional de estructuras quadri-conectadas de AlO_4 y de SiO_4 tetraédricas unidas entre sí por un intercambio de iones de oxígeno. La etapa de funcionalización 100 realizada en tal combinación permite combinar los macroporos de carbono con los microporos ordenados de la zeolita cubriéndolos con finas capas. Los macroporos de carbono permiten un fácil acceso a los microporos de la zeolita donde los sitios activos pueden participar en los intercambios iónicos, en la adsorción y en las reacciones catalíticas.

En la segunda etapa 102, las fuentes de plata y de silicio se bombardean con iones de argón bajo una temperatura del plasma comprendida entre 5000 y 7000 K, lo que tiene por efecto provocar una inyección de átomos de plata y de silicio, en el plasma de argón, por lo menos en una parte de la superficie específica externa e interna del cuerpo poroso 12, de manera que forme una capa metalizada de espesor como máximo nanométrico unida al cuerpo poroso para la formación de carburos de siliciuros de plata y también de sub-productos unidos de manera covalente combinando el carbono, la plata y el silicio. Esta capa toma preferiblemente la forma de agregados que no taponan los poros del cuerpo poroso 12, aunque sea posible ajustar los parámetros de tratamiento de la etapa 102 para obtener una capa más uniforme. La duración de esta etapa 102 se puede regular pero es preferiblemente inferior a 5 mm para la obtención de una capa metalizada bajo forma de agregados de

espesor como máximo nanométrico. El espacio entre los electrodos 32 del segundo reactor 24 es por ejemplo de aproximadamente 4 cm de manera que permita establecer un campo eléctrico muy elevado en el plasma, resultando de ello un alto grado de modularidad de la intensidad del flujo de iones de argón y una funcionalización de superficie óptima del cuerpo poroso 12. Esta segunda etapa 102 permite también desarrollar la superficie activa del producto 10 mediante aumento de su superficie específica externa e interna.

Los parámetros de funcionamiento de la etapa 102 pueden ser los siguientes:

- flujo de argón: aproximadamente 40 sccm (cm³ por minuto)
- presión en el reactor: aproximadamente 0.01 Pa,
- temperatura de excitación de plasma en el reactor: entre 5000 y 7000 K, incluyendo 6000 K,
- potencia de excitación de plasma: 1.5 kW,
- frecuencia de la descarga de radiofrecuencia: 13.56 MHz,
- tensión de autopolarización: al menos 1.2.10⁵ V/m,
- duración de la etapa de deposición: 3 min, y
- espesor depositado: entre 5 y 10 angstrom.

En estas condiciones, se obtiene una muy alta densidad de átomos de Argón que se encuentran en el estado de excitación metastable ³P₂ confiriendo una alta potencia de desenergización al contacto del cuerpo poroso 12. Se evalúa la tasa de materia inyectada a 7.5 µg/s.

La caracterización por espectroscopia de fotoelectrones X del producto 10 obtenido, permite también revelar el pico de potencia de carburo de silicio de plata a 283 eV, pero también otras potencias de unión relativas al carbono, al silicio y a la plata, así como otros estados distintos oxidados en muy pequeña cantidad que son beneficiosos para los mecanismos de descontaminación química y otras oxidaciones de las bacterias y virus encontrados en el tratamiento de fluidos.

Se ha sometido a prueba y analizado el producto 10 obtenido conforme a la invención y se ha funcionalizado en un solo y mismo procedimiento integrado tal como el que se ha descrito anteriormente, con un material de tipo carbón activado, en el caso de tratamiento de aguas. Se comprueba que el tratamiento bactericida es efectivamente verificado pero también se verifica la catálisis de los procesos de degradación de contaminantes químicos tales como ciertos hidrocarburos y otros pesticidas, como el DDT (es decir, el diclorodifeniltricloroetano) por ejemplo. Además, se observa que la presencia de silicio bajo la forma de carburo desarrolla las propiedades eléctricas del producto.

CONDICIONES EXPERIMENTALES DE LA PRUEBA

Se instala en el laboratorio, una unidad de filtración que comprende un primer filtro de espesor y un segundo filtro de carbón que comprende el producto de tratamiento 10, para determinar su efectividad en el control de cierto número de patógenos humanos contenidos en el agua. El funcionamiento de la unidad se realiza en un módulo de seguridad de clase III mediante la utilización de agua bruta del Támesis como fuente de abastecimiento de agua.

El material utilizado para la prueba comprende más específicamente los elementos siguientes:

- una cabina de sellado de Clase III,
- una bomba Watson Marlow, Serie 800 (marca registrada)
- unos tubos presurizados,
- 50 litros de agua del Támesis,
- dos contenedores Nalgene (marca registrada) de 50 litros estériles,
- un primer filtro de espesor (0.2µ)
- un filtro de carbón que comprende el producto 10,
- unas placas de agar (BCYE, YEA).

Los microorganismos utilizados son los siguientes:

- *Pseudomonas diminuta*: una de las bacterias acuáticas más pequeñas, a menudo utilizada para probar los filtros debido a que es el organismo más probable que penetre un sistema de filtración,
- *Escherichia coli*: indicador particularmente importante de contaminación fecal,
- *Pseudomonas aeruginosa*: una bacteria oportunista en pacientes inmunodeficientes,
- *Legionella pneumophila* serogrupo 1 Pontiac: un agente bacteriano responsable de la enfermedad del Legionario, que prolifera en los sistemas de agua caliente y frío en edificios así como en las chimeneas de refrigeración, y
- *Cryptosporidium parvum*, un protozooario parásito que constituye uno de los mayores problemas para la industria del agua debido a su resistencia al cloro, el desinfectante más comúnmente utilizado.

La fuente microbiana se cultiva en un medio apropiado de agar incubado a 37°C durante una noche, se agrega a continuación separadamente al agua de la prueba con el fin de obtener una inoculación de 10² a 10⁶ por ml para cada micro-organismo. Se agrega el *Cryptosporidium parvum* para obtener una cantidad de 10⁴ a 10⁵ por ml.

La unidad de filtración se pone en circulación en un bucle durante al menos treinta minutos para acondicionar la unidad antes de proceder a la prueba. Se introduce a continuación el agua que contiene el inóculo bacteriano en el filtro a un flujo de 4.15 l/mn con el fin de determinar la efectividad de la unidad de filtración para reducir la carga bacteriana.

5 Se conducen unas diluciones en serie del primer filtro para determinar el número efectivo de bacterias (colonias que forman unidades por ml) que entran y pasan por la unidad de filtración.

Se concentran unas muestras de agua filtrada (100 ml) por filtración.

10 Para el análisis de *Legionella*, se cultivan unas muestras sobre un medio agar BCYE. Las muestras de *Pseudomonas diminuta*, *Pseudomonas aeruginosa* y *Escherichia coli* se cultivan en medios de agar apropiados (YEA).

Se conserva una muestra de agua de post-filtración de cada prueba que se volvió a cultivar quince días después, para determinar si ha tenido lugar un nuevo desarrollo.

15 Una alícuota (10 ml) de agua de post-filtración se mezcla inmediatamente con 10 ml de agua de pre-filtración y se determina inmediatamente el número de organismos cultivables a los 5 minutos y a los 15 días.

El porcentaje de viabilidad de los oocitos de *Cryptosporidium parvum* en las muestras de agua de pre y post-filtración se determinan por contaminación vital utilizando propidio y 4'-6'diamidino 2-fenilindol. Los resultados se obtienen por examen microscópico usando un microscopio fluorescente.

20 El número de oocitos de *Cryptosporidium parvum* por ml en las muestras de pre y post-tratamiento de agua se determinan por contaminación de anticuerpos monoclonales de *Cryptosporidium* marcados con fluorescencia. El número de oocitos presentes se cuenta mediante utilización de microscopio de fluorescencia.

Finalmente, se fumiga el material con formaldehído, y se pasa agua caliente (60°C) por el interior de la unidad de filtración para desactivar el *Cryptosporidium parvum*.

25 RESULTADOS DE LA PRUEBA Y DISCUSIÓN

La unidad de filtración sometida a prueba ha removido más del 99.9% de todas las especies bacterianas sometidas a prueba. Hubo una reducción del 100% en el número de *Escherichia coli* y *Legionella pneumophila*, y no se encontró ninguna bacteria después del tratamiento. Esto se confirmó cuando 100 ml de agua de post-filtración se concentraron y analizaron para determinar la presencia de bacterias. El mero paso del agua por la unidad de filtración a un flujo de 4.15 l/min utilizando el agua del Támesis sugiere que esta unidad de filtración podría reducir en más de un 99.9% la presencia de bacterias patógenas contenidas en el agua.

30 Las muestras de agua de post-filtración conservadas durante 15 días, demuestran que no ha ocurrido ningún nuevo desarrollo en las muestras de agua filtradas.

35 Se han añadido bacterias al agua de post-filtración con el fin de determinar la eficacia bactericida residual. Los resultados indican que se obtiene una reducción del 10 al 20% a los 5 minutos; sin embargo, después de 15 días, se observa una reducción superior al 95%. Los resultados indicarían entonces que el agua de post-filtración no sería capaz de controlar rápidamente una re-contaminación por las bacterias utilizadas en esta prueba.

40 El parásito protozoario *Cryptosporidium parvum* es particularmente resistente a los tratamientos desinfectantes. Sin embargo, hubo una reducción significativa (más del 95%) del número de *Cryptosporidium parvum* que han pasado por la unidad de filtración.

Se observa además que esta prueba permite destacar las propiedades descontaminantes de la unidad de filtración que comprende el producto 10 pero también permite destacar una propiedad muy singular que es la remanencia del tratamiento de descontaminación. La remanencia es lo que se puede definir como la persistencia de un fenómeno cuando la causa de este fenómeno ha desaparecido. En el caso del tratamiento bactericida sometido a prueba, el fluido tratado conserva (algunas veces durante varias semanas dependiendo de las condiciones experimentales) su poder descontaminante asegurando una protección sanitaria del agua sin añadir ningún producto químico suplementario tal como el cloro u otros. El estudio y la caracterización de esta remanencia conducen a determinar los diferentes parámetros que influyen en el procedimiento de tratamiento a realizar tal como la potencia cinética del agua que pasa a través de la unidad de filtración, su carga mineral, etc.

50 Por otro lado, al observar el parámetro de temperatura del agua antes y después del tratamiento por la unidad de filtración, se puede identificar el carácter endotérmico de las reacciones catalíticas después del tratamiento ya que un agua bruta inicialmente a 26°C con una temperatura ambiental de 27°C sale de la unidad de filtración a 18°C y permanece constante a 19°C durante varias horas después, aunque se deje al aire libre en el mismo medio ambiente a temperatura constante, lo que se traduce por una variación de entalpía positiva.

55 Finalmente, la observación de fenómenos electrostáticos sobre el producto 10 conduce a interesarse al estudio de la dinámica de los campos eléctricos que son muy bajos en los fluidos tratados, con la ayuda de un dispositivo tal como el "Bioscope System" (marca registrada) comercializado por la sociedad Sonoscope. Dicho dispositivo cuyo principio se basa en la electro-bio-impedancia permite detectar y registrar variaciones sutiles de campos electroacústicos comunes en todo medio ambiente bioactivo. El dispositivo genera con una frecuencia de audio, no acústica, una señal de referencia que es utilizada para ajustar un campo eléctrico expandible. Esta señal de referencia es transmitida por el intermediario de un electrodo transductor a la muestra

que se está analizando. Se establece una señal de referencia entre el dispositivo y la muestra en curso de numerización. Cuando un material está en contacto con el medio, produce una alteración la cual a su vez modifica la señal de referencia.

5 Este dispositivo permite resaltar las variaciones sutiles de estado que no pueden ser detectadas por los análisis químicos. Permite así visualizar muy rápidamente los cambios de parámetros incluidos los cambios de calidad y la contaminación eventual del agua tratada.

10 La Figura 3 ilustra con un diagrama la diferencia clara de niveles energéticos, para una misma frecuencia de excitación (281, 25 Hz) y un flujo de muestra idéntico, entre un agua tratada por el producto 10 (diagrama de la izquierda) y esta misma agua no tratada (diagrama de la derecha). Este diagrama muestra la evolución en el transcurso de tiempo del espectro, entre 0 y 4000 Hz, de una onda renviada por el medio correspondiente (el agua tratada a la izquierda y el agua no tratada a la derecha) en respuesta a la onda de excitación.

15 Además, los efectos electromagnéticos, que son entonces energéticos del producto 10 son percibidos por el fluido tratado aun cuando este último no entra directamente en contacto con el producto como se evidencia por los espectros siguientes de la figura 4. En esta figura, las diferencias de energía entre un agua tratada por el producto 10 (diagrama de la izquierda) y esta misma agua no tratada (diagrama de la derecha), pero tomadas a proximidad de la unidad de filtración que comprende el producto 10 son bastante menos importantes.

20 Los fenómenos electrostáticos observados son entonces verificados y permiten mostrar que la unidad de filtración sometida a prueba tiene una acción de dinamización energética sobre el fluido a tratar, aún sin contacto directo cuando el fluido se queda próximo al producto 10. Estas propiedades eléctricas provienen de la presencia de carburo de silicio metálico.

25 Esta dinámica energética se traduce al nivel celular, cuando se introducen diferentes proporciones de agua en un medio de cultivo celular y cuando se mide la absorbancia de proteína. En efecto, se ha realizado un estudio comparativo del efecto de un agua no tratada y de la misma agua tratada con el producto 10 sobre unos fibroblastos en cultivo (entre el 20 y el 50% en el medio de cultivo). Se tomaron unas medidas en los sobrenadantes, después de 48 horas de tratamiento. De ello resulta que la introducción de un agua tratada con el producto 10 permite subir a más del 50% en proporción del medio de cultivo mientras que un agua no tratada solo permite alcanzar el 10% sin que se mueran las células. El incremento de la proporción en agua empobrece el medio nutriente, es pues evidente que la biodisponibilidad del medio es significativamente mejorada con el agua tratada.

30 Aparece claramente que un producto de descontaminación según la invención, y en particular aquel descrito y probado anteriormente presenta un buen poder catalítico en las reacciones bactericidas de fluidos tales como el agua, el aire u otros fluidos industriales. Como se muestra en las pruebas realizadas, presenta además unas propiedades asombrosas de remanencia del efecto bactericida durante varias semanas en el fluido tratado y la mejora de la biodisponibilidad del fluido tratado al dinamizar en particular su energía. Finalmente, produce un efecto a distancia sin contacto directo sobre el fluido por radiación electromagnética.

40 El procedimiento de obtención de este producto de descontaminación descrito en referencia a la figura 2 también permite incrementar bastante considerablemente la superficie específica del producto final mejorando así su capacidad de adsorción y por lo tanto de filtración, como se ha precisado en la descripción de las etapas de funcionalización y de deposición 100 y 102.

Se notará también que la invención no está limitada a un procedimiento descrito anteriormente. Otros metales distintos de la plata, especialmente los metales pesados, pueden ser utilizados para metalizar la capa de espesor como máximo nanométrico.

45 Le parecerá más generalmente al experto en la materia que se pueden aportar varias modificaciones al modo de realización descrito anteriormente, a la vista de lo que acaba de serle mostrado. En las reivindicaciones siguientes, los términos utilizados no deben de ser interpretados como limitando las reivindicaciones al modo de realización expuesto en la presente descripción, sino que deben de ser interpretados para que se incluya todos los equivalentes que las reivindicaciones pretenden cubrir debido al hecho de su formulación y cuya previsión está al alcance del experto en la materia al aplicar sus conocimientos generales en la puesta en funcionamiento de lo que acaba de serle mostrado. La invención está definida por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Producto (10) de descontaminación de un fluido, que comprende, por una parte, un cuerpo poroso (12) que comprende un componente carbonado y presenta una superficie específica externa e interna (14) y, por otra parte, una capa metalizada (16) de espesor como máximo nanométrico que recubre al menos una parte de la superficie específica externa e interna (14) del cuerpo poroso (12), comprendiendo la capa metalizada (16) al menos un metal pesado de masa atómica superior o igual a la del cobre y del silicio, estando unidos el metal pesado y el silicio de la capa metalizada al componente carbonado del cuerpo poroso (12) mediante uniones químicas (18) que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares de manera a constituir unos componentes de tipo carburos de siliciuros de metal.
- 10 2. Producto de descontaminación de un fluido según la reivindicación 1, en el cual los carburos de siliciuros de metal que comprende, son de un tipo de componentes que se revelan en un nivel de potencia aproximadamente igual a 283 eV.
- 15 3. Producto de descontaminación de un fluido según la reivindicación 1 o 2, en el cual al menos una parte del silicio (Si) está también unida a al menos una parte del metal pesado de la capa metalizada (16) mediante unas uniones químicas (18) que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares.
- 20 4. Producto de descontaminación de un fluido según la reivindicación 3, en el cual la capa metalizada (16) comprende además unos componentes que comprenden átomos de carbono, de silicio y de metal pesado unidos entre sí mediante uniones químicas de tipo uniones covalentes.
- 25 5. Producto de descontaminación de un fluido según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el cual el cuerpo poroso (12) comprende al menos uno de los elementos del conjunto constituido por un polvo de carbono, de grafito, de carbón activado, de arena y de zeolita.
- 30 6. Producto de descontaminación de un fluido según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el cual la capa metalizada (16) recubre parcialmente la superficie específica externa e interna (14) de cuerpo poroso (12) mediante la formación de agregados.
- 35 7. Procedimiento de obtención de un producto (10) de descontaminación de un fluido, que comprende una etapa (102) de tratamiento de un cuerpo poroso (12) que comprende un componente carbonado y que presenta una superficie específica externa e interna (14) en un reactor (24) con deposición de plasma de gas inerte y con descarga de radiofrecuencia, siendo dicho reactor de deposición (24) de tipo diodo, con una potencia eléctrica aproximadamente igual a 10 kW, acoplada a una caja de sintonía de impedancia de tipo RLC, por:
 - 40 - inmersión del cuerpo poroso (12) en el plasma de gas inerte con una fuente de metal pesado de masa atómica superior o igual a la del cobre y una fuente de silicio, y a continuación
 - inyección de este metal pesado y de este silicio, en el plasma de gas inerte, sobre al menos una parte de la superficie específica externa e interna (14) del cuerpo poroso (12) mediante bombardeo de iones de gas inerte del plasma sobre las fuentes de metal pesado y de silicio, de manera que forme una capa metalizada (16) de espesor como máximo nanométrico que recubra al menos una parte de la superficie específica externa e interna (14) del cuerpo poroso (12), comprendiendo así dicha capa metalizada (16), en interacción con el cuerpo poroso, unos componentes de tipo carburo de siliciuros de metal en los cuales el metal pesado y el silicio de la capa metalizada están unidos al componente carbonado del cuerpo poroso (12) mediante uniones químicas (18) que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares,
 - 45 en el cual la temperatura de excitación del plasma se lleva a entre 5000 y 7000 K durante la etapa de tratamiento (102).
- 50 8. Procedimiento para la obtención de un producto (10) de descontaminación de un fluido, que comprende:
 - 55 - una etapa preliminar (100) de funcionalización de un cuerpo poroso (12) que comprende un componente carbonado y que presenta una superficie específica externa e interna (14) en un reactor (22) con lecho fluidizado que brota a baja presión, especialmente comprendida entre 5 y 500 Pa, de plasma frío de gas inerte y con descarga inductiva, y a continuación
 - una etapa (102) de tratamiento del cuerpo poroso (12) en un reactor (24) de deposición de plasma de gas inerte y con descarga de radiofrecuencia, por:
 - 60 - inmersión del cuerpo poroso (12) en el plasma de gas inerte con una fuente de metal pesado de masa atómica superior o igual a la del cobre y una fuente de silicio, y a continuación

5 - inyección de este metal pesado y de este silicio, en el plasma de gas inerte, sobre al menos una parte de la superficie específica externa e interna (14) del cuerpo poroso (12) mediante bombardeo de iones de gas inerte del plasma sobre las fuentes de metal pesado y de silicio, de manera que forme una capa metalizada (16) de espesor como máximo nanométrico que recubra al menos una parte de la superficie específica externa e interna (14) del cuerpo poroso (12), comprendiendo así dicha capa metalizada (16), en interacción con el cuerpo poroso, unos componentes de tipo carburos de siliciuros de metal en los cuales el metal pesado y el silicio de la capa metalizada están unidos al componente carbonado del cuerpo poroso (12) mediante uniones químicas (18) que resultan de la acción de fuerzas intramoleculares.

10

FIGURA 1

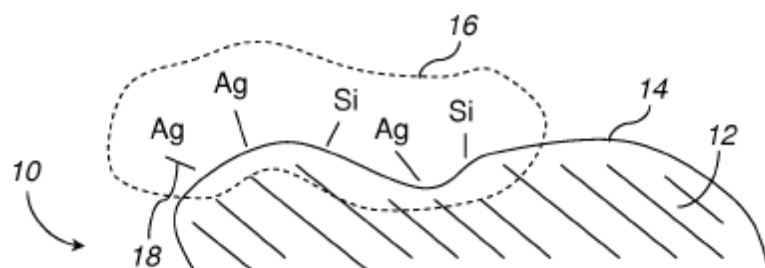


FIGURA 2

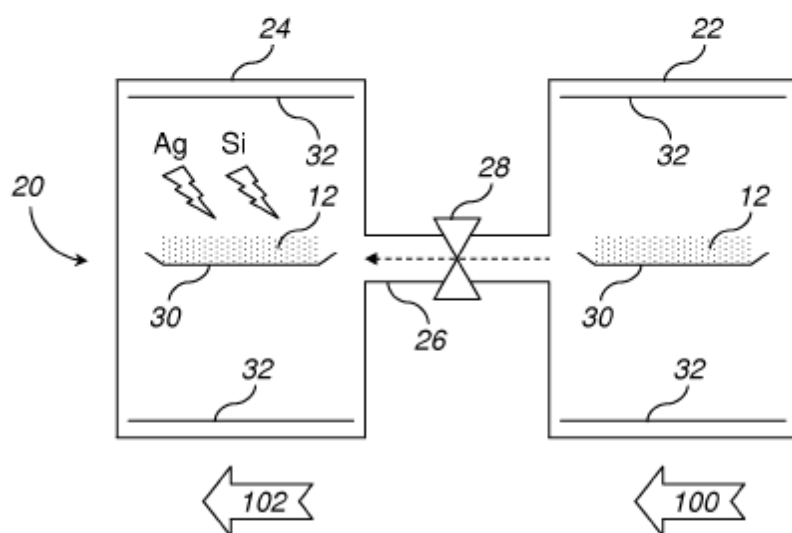


FIGURA 3

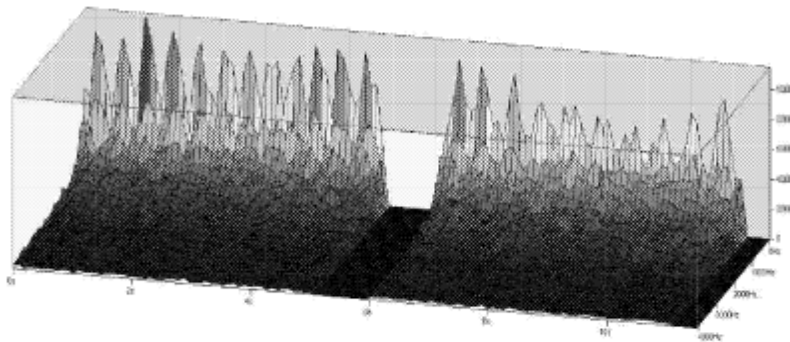


FIGURA 4

