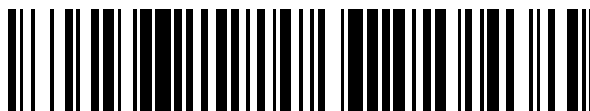


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 719 655**

51 Int. Cl.:

D06M 15/643	(2006.01) D06M 23/00	(2006.01)
D06M 11/46	(2006.01) C08K 3/00	(2008.01)
D06M 13/51	(2006.01) B05D 1/04	(2006.01)
D06M 13/513	(2006.01) C09D 5/00	(2006.01)
D06N 3/00	(2006.01) D06M 15/423	(2006.01)
B08B 17/02	(2006.01) C09D 7/63	(2008.01)
B05D 1/36	(2006.01) C08G 77/26	(2006.01)
C09D 7/00	(2008.01) B05D 5/00	(2006.01)
B05D 7/00	(2006.01)	
B05D 1/02	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.04.2012** **PCT/US2012/033844**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.10.2012** **WO12142621**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.04.2012** **E 12771919 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.01.2019** **EP 2697422**

54 Título: **Procedimiento para formar una superficie auto-descontaminante**

30 Prioridad:

15.04.2011 US 201161476233 P
24.05.2011 US 201161489630 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
11.07.2019

73 Titular/es:

ALLIED BIOSCIENCE, INC (100.0%)
5000 Legacy Drive, Suite 350
Plano TX 75024 , US

72 Inventor/es:

NGO, MAI;
WYSOCKI, RONALD y
GROSSMAN, CRAIG

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 719 655 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para formar una superficie auto-descontaminante

Campo de la invención

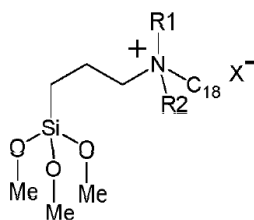
Las realizaciones en general relacionan una composición química y un procedimiento para formar una superficie auto-descontaminante. En ciertas realizaciones, la composición química comprende un fotocatalizador. En ciertas realizaciones, el fotocatalizador comprende una fracción de óxido de titanio. En ciertas realizaciones, la composición química se aplica como un depósito electrostático de una película formada por fracciones de dióxido de titanio.

Antecedentes de la invención

El óxido de titanio (por ejemplo, TiO_2) es una sustancia no tóxica ampliamente utilizada en pinturas, papel, plásticos y pasta de dientes. Se sabe en la técnica que se puede añadir un hidróxido alcalino a una solución acuosa de sal de titanio para producir un sol de peróxido de titanio amorfo. El sol de peróxido de titanio se puede hacer reaccionar con una solución acuosa de peróxido de hidrógeno para producir un sol de peróxido de titanio amorfo, que luego se calienta a altas temperaturas para obtener óxido de titanio anatasa.

Los procedimientos actuales para preparar láminas, recubrimientos o películas que comprenden óxido de titanio requieren que las partículas de óxido de titanio se sintericen a altas temperaturas (por ejemplo, 200 a 400 grados Celsius) para soportar firmemente el óxido de titanio sobre un sustrato. Usando estos procedimientos de la técnica anterior, se deposita un compuesto de óxido de titanio sobre un sustrato, y luego se hornea a aproximadamente 200-400 grados Celsius para establecer de manera fija el compuesto sobre el sustrato. El requerimiento de temperaturas tan altas para curar el óxido de titanio limita su utilidad, como el uso de dióxido de titanio para crear superficies auto-descontaminante por parte de minoristas o consumidores. El documento EP 0 923 988 A1 describe una estructura portadora de fotocatalizador que comprende una capa adhesiva dispuesta entre un sustrato y una capa de fotocatalizador. El documento US 2009/298967 A1 describe un revestimiento auto-descontaminante que comprende un componente de poliuretano. El documento US 6.037.289 A describe un sustrato provisto de un recubrimiento con una propiedad fotocatalítica basada en dióxido de titanio que es al menos parcialmente cristalino y que se incorpora en dicho recubrimiento. El documento US 2007/065475 A1 describe una composición antimicrobiana que comprende un compuesto cuaternario de organosilano y un compuesto de amonio cuaternario. El documento US 2007/167551 A1 describe una composición de revestimiento para la formación de una capa inorgánica sobre la superficie de un sustrato, que comprende al menos una cantidad eficaz de partículas de dióxido de titanio fotocatalítico. El documento US 7,541,048 B2 describe una composición de recubrimiento para recubrir la superficie de un dispositivo médico implantable. El documento US 2005/008613 A1 describe portadores en fase sólida recubiertos con un organosilano de amonio cuaternario.

De acuerdo con lo anterior, sería un avance en la técnica desarrollar o usar una nueva lámina de óxido de titanio, recubrimiento o deposición de película. En este sentido, la presente invención proporciona un procedimiento de preparación de una superficie auto-descontaminante según la reivindicación 1, que comprende recubrir una superficie con una mezcla que comprende un organosilano de la estructura



en la que R1 y R2 son alquilo, y X- se selecciona del grupo que consiste en cloruro, bromuro y yodo y C18 es alquilo C18 y posteriormente se cubre la superficie con TiO_2 .

Breve descripción de los dibujos

La invención se entenderá mejor a partir de una lectura de la siguiente descripción detallada tomada en conjunto con los dibujos en los que se utilizan designadores de referencia similares para designar elementos similares, y en los que:

La figura 1 ilustra una realización de un aparato de pulverización electrostática;

La figura 2A ilustra otra realización de un aparato de pulverización electrostática;

La figura 2B ilustra el aparato de pulverización electrostática de la figura 2A que comprende además una fuente de pigmento oxidable;

La figura 3 es una imagen del microscopio de fuerza atómica a 50 micrones que muestra un recubrimiento sobre una superficie de vidrio, donde se formó ese recubrimiento utilizando la composición y el procedimiento de los solicitantes; y

5 La figura 4 es una imagen óptica que utiliza una geometría de transmisión con un objetivo 10X que muestra un recubrimiento sobre una superficie de vidrio, donde el recubrimiento se formó utilizando la composición y el procedimiento de los Solicitantes.

Descripción detallada de realizaciones preferentes

10 La invención se describe en realizaciones preferentes en la siguiente descripción con referencia a las figuras, en las que números similares representan los mismos elementos o elementos similares. La referencia en esta especificación a “una realización”, “una realización” o un lenguaje similar significa que un rasgo, estructura o característica particular descrita en relación con la realización se incluye en al menos una realización de la presente invención. Por lo tanto, la aparición de las frases “en una realización”, “en una realización” y un lenguaje similar a lo largo de esta especificación pueden, pero no necesariamente, hacen referencia a la misma realización.

15 Los rasgos, estructuras o características descritas de la invención pueden combinarse de cualquier manera adecuada en una o más realizaciones. En la siguiente descripción, se enumeran numerosos detalles específicos para proporcionar una comprensión completa de las realizaciones de la invención. Un experto en la técnica pertinente reconocerá, sin embargo, que la invención puede ponerse en práctica sin uno o más de los detalles específicos, o con otros procedimientos, componentes, materiales, etc. En otros casos, las estructuras, materiales u operaciones bien conocidas no se muestran ni describen en detalle para evitar oscurecer los aspectos de la invención.

20 El dióxido de titanio se encuentra en la naturaleza como minerales bien conocidos rutilo, anatasa y brookita, y adicionalmente como dos formas de alta presión, una forma monoclinica de baddeleyita y una forma ortorrómbica de tipo α -PbO₂, ambas encontradas recientemente en el cráter Ries en Baviera. La forma más común es el rutilo, que también es la forma más estable. La anatasa y la brookita se convierten en rutilo al calentarse. Rutilo, anatasa y brookita contienen seis titanios coordinados.

25 El dióxido de titanio tiene numerosas modificaciones: además del rutilo, la anatasa y la brookita, existen tres formas metaestables producidas sintéticamente (monoclinicas, tetragonales y ortorrómicas) y formas de alta presión (similares a α -PbO₂, similares a baddeleyita y similares a cotunita):

30 Oxidación: pérdida de electrones o un aumento en el estado de oxidación por una molécula, átomo o ion. Las sustancias que tienen la capacidad de oxidar otras sustancias se dice que son oxidantes u oxidantes y se conocen como agentes oxidantes, oxidantes u oxidantes. Dicho de otra manera, el oxidante elimina los electrones de otra sustancia y, por lo tanto, se reduce. Y, debido a que “acepta” electrones, también se le llama aceptador de electrones.

35 En química, la fotocatálisis es la aceleración de una fotorreacción en presencia de un catalizador. En la fotólisis catalizada, la luz es absorbida por un sustrato adsorbido. En la catálisis fotogenerada, la actividad fotocatalítica (PCA) depende de la capacidad del catalizador para crear pares de orificios de electrones, que generan radicales libres (radicales hidroxilo: $\cdot$ OH) capaces de sufrir reacciones secundarias. Su comprensión ha sido posible desde el descubrimiento de la electrólisis del agua por medio del dióxido de titanio. La aplicación comercial del proceso se denomina Proceso de oxidación avanzada (AOP). Existen varios procedimientos para lograr AOP, que pueden, pero no necesariamente implican TiO₂ o incluso el uso de luz UV. En general, el factor definitorio es la producción y el uso del radical hidroxilo.

40 Cuando el TiO₂ se ilumina con luz de suficiente energía, los pares de orificios de electrones se excitan de manera que los electrones adicionales atraviesan el espacio entre la banda y la banda de conducción (“CB”), mientras que los agujeros permanecen en la banda de valencia (“VB”). Los electrones excitados se pueden usar para reacciones redox en la superficie de TiO₂. Hay múltiples fases de TiO₂. Por ejemplo, la fase de rutilo puede ser excitada por la luz visible, pero tiene una tasa de recombinación de carga rápida; Anatasa, por otro lado, tiene una tasa de recombinación lenta, pero solo puede ser excitada por luces UV. Por lo tanto, es razonable producir un fotocatalizador de fase mixta para aumentar la eficiencia total.

45 Ciertas morfologías cristalinas de óxido de titanio exhiben características fotocatalíticas cuando se exponen a luz ultravioleta (UV). Cuando se expone a la luz UV, el óxido de titanio crea pares de orificios de electrones que generan radicales libres (por ejemplo, radicales hidroxilo). El grado de resistencia fotocatalítica varía según el tipo de óxido de titanio, por ejemplo, el óxido de titanio anatasa (tamaño de partícula de aproximadamente 5 a 30 nanómetros) es un fotocatalizador más fuerte que el óxido de titanio rutilo (tamaño de partícula de aproximadamente 0,5 a 1 micra). Por lo tanto, el óxido de titanio tiene un uso potencial en aplicaciones de esterilización, saneamiento y remediación.

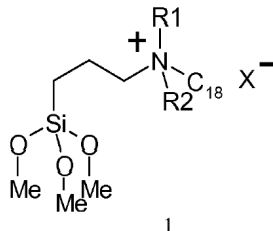
55 En una realización del procedimiento de los solicitantes, se usa un recubrimiento de óxido de titanio que incluye un pigmento oxidable con un pulverizador electrostático para producir un recubrimiento auto-descontaminante sustancialmente uniforme en una superficie.

Con referencia ahora a las figs. 1, 2A y 2B, en una realización, una formulación de TiO_2 y/o una formulación precursora de TiO_2 en forma de gas, líquido, aerosol y/o sólido se deposita a temperatura ambiente sobre una superficie 130. En las realizaciones ilustradas de las figuras 1, 2A, y 2B, el aparato 100 de pulverización electrostática o electrodinámica se usa para formar un recubrimiento 140 que contiene óxido de titanio sustancialmente contiguo. Usando el aparato 100 de pulverización electrostática, las partículas atomizadas 120 adquieren una primera carga eléctrica (mostrada como cargada positivamente), así se repelen entre sí y se extienden uniformemente a medida que salen de una boquilla 110 de rociado. La figura 2A muestra una mezcla 220 que comprende polvo de TiO_2 en aire presurizado que se pulveriza hacia fuera desde un dispositivo 210 de pulverización manual.

El sustrato 130 que se recubre comprende una segunda carga opuesta (mostrada como cargada negativamente) o conectada a tierra. El polvo de TiO_2 cargado positivamente de TiO_2 se atrae al sustrato. El sustrato de carga opuesta atrae las partículas de polvo de TiO_2 , incluso en una parte trasera "sombreada", para dar un recubrimiento sustancialmente uniforme. El uso de cargas opuestas también aumenta la eficiencia de transferencia y la adhesión entre las partículas de TiO_2 con el sustrato. En algunas realizaciones, el aparato de pulverización electrostática puede emplear además presión para producir una corriente de aire de alta velocidad que facilita el transporte de las partículas 120 atomizadas al sustrato 130.

En ciertas realizaciones, las partículas de TiO_2 se cargan a aproximadamente 30-100 kilovoltios por (a) carga directa, (b) carga tribo, o (c) carga post-atomización, por ejemplo. En una carga directa, un electrodo se sumerge en un depósito de suministro o conducto que incluye el TiO_2 . En la carga de tribo, el área de la superficie interna del barril en contacto con el TiO_2 produce una carga electrostática de fricción cuando el TiO_2 se extruye a través del aparato de pulverización electrostática. En la carga post-atomización, se aplica un campo electrostático al TiO_2 aguas abajo de la boquilla de salida. El campo electrostático se puede crear por inducción electrostática o corona, por ejemplo, o por uno o más electrodos (anillo de electrodo, malla o rejilla).

El procedimiento de los solicitantes utiliza TiO_2 en combinación con un organosilano que comprende una fracción de amonio cuaternario. Ese silano funcionalizado comprende el compuesto 1, en el que R1 y R2 son alquilo, y en el que X⁻ se selecciona del grupo que consiste en cloruro, bromuro y yoduro y C₁₈ es alquilo C₁₈. Usando esta realización del procedimiento de los solicitantes, una superficie objetivo se reviste, parcial o totalmente, con una mezcla que comprende el Compuesto 1, y esa superficie se recubre posteriormente, parcial o totalmente, con TiO_2 .



Los siguientes ejemplos se presentan para ilustrar adicionalmente a los expertos en la técnica cómo hacer y usar la invención. Estos ejemplos no pretenden ser limitaciones, sin embargo, sobre el alcance de la invención.

Ejemplo I

Los cupones de formica¹ de dos pulgadas cuadradas se limpiaron con agua y jabón y luego con alcohol isopropílico. Se trató un primer grupo de cupones de prueba utilizando un procedimiento de los solicitantes, en el que cada cupón de prueba se recubrió primero electrostáticamente utilizando una mezcla acuosa que comprende un 3,6 por ciento en peso de organosilano 1. Después de aproximadamente quince (15) minutos, cada uno de estos primeros cupones de prueba se recubrió electrostáticamente usando una suspensión coloidal acuosa al 3 por ciento en peso de TiO_2 . ¹Formica se refiere a un producto decorativo compuesto por varias capas de papel Kraft impregnado con resina termoestable de melamina y rematado con una capa decorativa protegida por melamina, luego comprimida y curada con calor para obtener una superficie dura y duradera.

Un segundo grupo de cupones de prueba se recubrió electrostáticamente usando una suspensión coloidal acuosa de TiO_2 al 3 por ciento en peso. Un tercer grupo de cupones de prueba se recubrió electrostáticamente utilizando una mezcla acuosa que comprende 3,6 por ciento en peso de organosilano 1. No se recubrió un grupo de control de cupones de prueba.

Los cupones de prueba recubiertos se evaluaron utilizando inoculantes de *Staphylococcus aureus* ("MRSA") resistentes a la meticilina y de acuerdo con el procedimiento de prueba estándar ASTM E2149 - 10 para determinar la actividad antimicrobiana de agentes antimicrobianos inmovilizados bajo condiciones de contacto dinámicas. La Tabla 1 indica, para cada uno de los cuatro grupos de cupones de prueba, un Nivel de MRSA inicial, un Nivel de MRSA de 3 horas, el porcentaje de MRSA restante después de tres horas y un LOG KILL.

Tabla 1

	Procedimiento del solicitante	Solo TiO ₂	Solo organosilano	Control
Nivel MRSA inicial	4,80E+07	1,90E+07	2,60E+07	3,00E+07
Nivel MRSA 3 horas	2,50E+05	5,00E+05	3,20E+05	2,80E+06
Porcentaje MRSA restante	0,52	2,63	1,23	9,33
LOG KILL	2,3	1,9	1,6	1,03

Los datos de la Tabla 1 muestran que el uso de solo un recubrimiento de organosilano en los cupones de prueba dio como resultado un aumento de aproximadamente 2,4 veces en el nivel residual de MRSA después de tres horas en comparación con el uso de un recubrimiento de organosilano y un recubrimiento de TiO₂. Los datos de la Tabla 1 muestran además que el uso de solo un recubrimiento de TiO₂ en los cupones de prueba dio como resultado un aumento de aproximadamente 5,1 veces en el nivel residual de MRSA después de tres horas en comparación con el uso de un recubrimiento de organosilano y un recubrimiento de TiO₂. En resumen, los datos de la Tabla 1 demuestran que tratar los cupones de prueba con un primer recubrimiento de organosilano 1 seguido de un recubrimiento de TiO₂ fue mucho más efectivo que recubrir los cupones de prueba solo con el organosilano o solo con TiO₂.

Ejemplo II

Una ruta común de transmisión de resfriado, gripe, diarrea y otras infecciones comunes es a través del contacto con superficies contaminadas con microorganismos infecciosos (patógenos). La contaminación se produce al depositar gotas de tos y estornudos en las superficies, y al tocar las superficies con las manos contaminadas con patógenos. Luego, los agentes patógenos contaminan las manos de la siguiente persona que toca la misma superficie, y cuando se llevan las manos a los ojos, la nariz o la boca pueden provocar una infección.

Los sistemas de transporte masivo crean un entorno en el que un gran número de personas a diario comparten espacio e interactúan con las superficies que se encuentran dentro de los vehículos del sistema. Un estudio reciente en el Reino Unido demostró un aumento de las infecciones respiratorias (resfriados y gripes) en las personas si habían viajado en un autobús o tranvía cinco días antes.

Se ha demostrado que la aplicación de desinfectantes en superficies reduce el ausentismo y la enfermedad en las escuelas. Desafortunadamente, las superficies deben ser desinfectadas regularmente para que sean efectivas. No hay procedimientos de la técnica anterior que proporcionen una propiedad residual efectiva. En marcado contraste con los procedimientos de la técnica anterior, el procedimiento de los solicitantes crea un residuo de superficie y, por lo tanto, sigue siendo eficaz para reducir la transferencia de patógenos, incluso si la superficie se vuelve a contaminar.

La contaminación bacteriana de los autobuses públicos con una autoridad de tránsito público con sede en California se caracterizó en este estudio y se usó un análisis de laboratorio para determinar la eficacia del procedimiento de los solicitantes para minimizar la exposición a contaminantes y olores microbianos en espacios públicos.

Se seleccionaron catorce autobuses y se dividieron en dos grupos; uno, un grupo "experimental" de siete autobuses que fue tratado con el procedimiento de los solicitantes; y uno es un grupo de "control" de siete autobuses que recibieron tratamiento de rutina del sistema de tránsito. Antes de cualquier tratamiento, ambos grupos se sometieron a pruebas de bacterias heterotróficas para establecer un perfil de referencia de cada autobús. Se registró el código de cuatro dígitos para cada autobús.

Se tomaron muestras en cinco ubicaciones en cada uno de los catorce autobuses: barandilla de entrada, caja de tarifas, compartimiento del conductor, barandilla interior y respaldo del asiento. Las muestras se tomaron al final del día hábil después de que el autobús regresara a las instalaciones de tránsito, pero antes de que fueran limpiados por los trabajadores de mantenimiento nocturnos.

Se tomaron muestras de los sitios con un Spongestick (3M, St. Paul, MN) que contenía un caldo neutralizante para neutralizar cualquier desinfectante que pudiera haber estado en el área de la muestra. Se muestrearon aproximadamente 150 cm² de la superficie en cada sitio seleccionado en el autobús.

Todas las muestras se insertaron en bolsas individuales que se etiquetaron con un código de número aleatorio. Este procedimiento se utilizó para evitar que los trabajadores del laboratorio de microbiología sepan qué muestras pertenecían a qué autobuses, estableciendo así un estudio ciego. Una vez que el laboratorio proporcionó los resultados de cultivo, los códigos se usaron para asignar valores a los autobuses y ubicaciones apropiados dentro de esos autobuses.

Los números de bacterias heterótrofas (HPC) se determinaron en medios R2A (Difco, Sparks, MD) usando el procedimiento de placa de extensión. Las muestras se diluyeron usando solución salina fisiológica para el ensayo de diluciones. Todas las diluciones se ensayaron por duplicado. Las placas de agar se incubaron luego a temperatura ambiente durante cinco días y se contaron las colonias de bacterias resultantes.

- 5 Se desarrolló una base de datos y todos los datos recopilados de la encuesta y los datos analíticos de laboratorio se ingresaron en la base de datos. Los datos se transformaron logarítmicamente y se realizaron múltiples análisis de varianza (ANOVA) en los datos para evaluar las relaciones entre la demografía y las características de las superficies y su uso.

- 10 Se utilizaron diseños completamente aleatorios para realizar el ANOVA con una región de rechazo del 5 % utilizando la distribución F. Debido a que la distribución de bacterias no se distribuye normalmente (es decir, una curva de distribución con forma de campana) se transforma logarítmicamente antes del análisis.

La transformación de registro es la conversión del número aritmético de bacterias a un log₁₀ (es decir, 100 = 2, 1.000 = 3, etc.). Luego se determina la media geométrica (promedio).

- 15 Siguiendo este procedimiento utilizado para establecer datos de línea de base, el grupo experimental de 7 autobuses se trató con el procedimiento de los solicitantes. Al final de los treinta días, se evaluaron los mismos dos grupos de autobuses (experimental y de control) para evaluar la efectividad del producto.

- 20 Los números de bacterias totales o bacterias heterótrofas en superficies duras se utilizan como una medida general del saneamiento de las superficies públicas y la eficacia de la limpieza y desinfección de las superficies. El número de bacterias por 150 cm² varió de 80 a 17.200.000 en las superficies analizadas. El número promedio geométrico de bacterias en los autobuses utilizados en este estudio se muestra en la Tabla 2.

Los promedios geométricos son siempre más bajos que los promedios aritméticos, ya que normalizan los valores altos y bajos. El análisis estadístico indicó que no hubo diferencia estadística en el número de bacterias en los autobuses que se seleccionaron para el tratamiento y en los que no estaban al principio (datos de referencia) del estudio.

- 25 Tabla 2

Aparición de bacterias en los autobuses tratados en comparación con no tratados en valores iniciales (Día 0 - antes del tratamiento de los autobuses experimentales)				
Parámetro	Log ₁₀		Aritmético	
	Tratado*	Control	Tratado	Control
Número de muestras	35	35	35	35
Media Geométrica	2,89	3,13	776	1,349
Desv. Est.	1,13	0,75	12,3	14,5
*Autobuses seleccionados para tratamiento antes del tratamiento.				

- 30 Después de 30 días, los datos informados en la Tabla 3A demuestran que hubo una diferencia significativa ($p = 0,005$), es decir, una probabilidad del 99,95 % de que existe una diferencia en el número geométrico promedio de bacterias en los autobuses tratados y no tratados. El número de bacterias en los autobuses tratados fue significativamente menor que el encontrado en los autobuses no tratados 30 días después del tratamiento. En promedio, hubo un 93 % menos de bacterias en las superficies de los autobuses tratados en comparación con los autobuses no tratados.

Tabla 3A

Concentraciones bacterianas en autobuses tratados en comparación con no tratados después de 30 días

Parámetro	Log ₁₀		Aritmético	
	Tratado*	Control	Tratado	Control

Número de muestras	35	25*	35	25*
Media Geométrica	3,77	4,92	5.888	83.176
Desv. Est.	1,69	1,58	48,9	38,0

*Dos autobuses en el grupo de control se han retirado de servicio.

Los resultados de la Tabla 3A demuestran una diferencia significativa entre la carga bacteriana en el [bus] interior de los autobuses tratados y no tratados. Con la excepción de la barandilla de entrada, la carga bacteriana en todos los sitios tratados se redujo en comparación con los sitios no tratados.

5 La concentración de bacterias en sitios específicos analizados en autobuses tratados y no tratados se muestra en la Tabla 4 a continuación. La mayor diferencia entre los autobuses tratados y no tratados en el número de bacterias fue en el compartimiento del conductor, donde había menos de 99,8 % de bacterias en los autobuses tratados. Esta diferencia fue altamente significativa ($p = 0,007$).

10 Parece que el desgaste excesivo de la fricción de contacto del pasajero en las barandillas de entrada eliminó el recubrimiento de los solicitantes en esos lugares. La Tabla 3B menciona los datos experimentales excluyendo este sitio (barandilla de entrada) como un valor atípico.

15 Después de 30 días, con este sitio excluido, hubo una diferencia significativa ($p = 0,001$, es decir, un 99,99 % de probabilidad de que exista una diferencia) (Tabla 3B) en el número geométrico promedio de bacterias en los autobuses tratados y no tratados. En promedio, hubo un 97 % menos de bacterias en las superficies de los autobuses tratados en comparación con los autobuses no tratados.

Tabla 3B

Concentraciones bacterianas en autobuses tratados en comparación con no tratados después de 30 días (Barandilla de Entrada Excluida)

Parámetro	Log ₁₀		Aritmético	
	Tratado*	Control	Tratado	Control
Número de muestras	28	20*	28	20*
Media Geométrica	3,42	4,91	2.630	81.283
Desv. Est.	1,48	1,52	30,2	33,1

*Dos autobuses en el grupo de control se han retirado de servicio.

Tabla 4

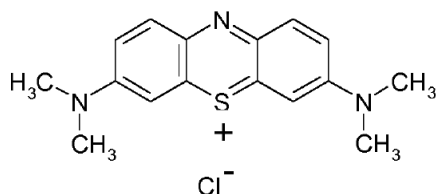
Concentraciones bacterianas en sitios probados específicos en autobuses tratados y no tratados						
Sitio	Autobús tratado		Autobús no tratado		% de reducción	P
	Log ₁₀	Aritmético	Log ₁	Aritmético		
Compartimento de conductores	2,91	812,8	5,56	363.078	99,8	0,007
Barandilla de entrada	5,18	151.356	4,96	91.201	0	0,75
Asientos traseros	2,84	692,8	4,49	30.903	97,8	0,071

Barandillas interiores	3,36	2.291	4,25	17.783	87,1	0,222
Caja expendedora	4,56	36.307	5,49	309.029	88,3	0,253

Este ejemplo II muestra que al comienzo del estudio no hubo diferencia estadística entre los niveles de bacterias en los autobuses seleccionados para el estudio. Este Ejemplo II muestra además que la concentración de bacterias fue significativamente menor en el interior de los autobuses tratados frente a los no tratados después de 30 días de uso.

5 En promedio, hubo un 97 % menos de bacterias en las superficies interiores de los autobuses tratados en comparación con las mismas superficies de las superficies no tratadas.

En ciertas realizaciones, el procedimiento de los solicitantes utiliza TiO_2 en combinación con un pigmento oxidable. En ciertas realizaciones, el pigmento oxidable comprende azul de metileno, compuesto 10. El TiO_2 se deposita sobre el sustrato, utilizando un medio de pulverización convencional o un aparato de pulverización electrostática (en conjunto, el "aparato de pulverización"). Las porciones del sustrato recubiertas con las partículas de TiO_2 muestran visualmente el color del pigmento oxidable. Por ejemplo, las partes del sustrato recubiertas con partículas de TiO_2 /mezcla de azul de metileno aparecen visualmente de color azul.



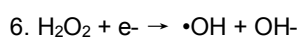
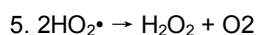
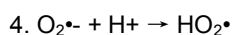
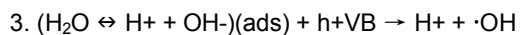
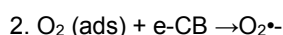
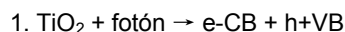
10

En marcado contraste, las partes del sustrato que no están recubiertas con las partículas de TiO_2 no muestran el color. Se puede aplicar una segunda aplicación de recubrimiento a las porciones no coloreadas del sustrato para una deposición más uniforme de las partículas de TiO_2 . La exposición de las partículas de TiO_2 a la luz ultravioleta produce radicales libres que oxidan el pigmento oxidable. Como resultado, se forma un recubrimiento de óxido de titanio sustancialmente contiguo sobre el sustrato, y ese recubrimiento se vuelve translúcido o blanco.

Para ilustrar, se puede añadir pigmento de azul de metileno al TiO_2 . En ciertas realizaciones, el azul de metileno se agrega directamente al polvo de TiO_2 . En otras realizaciones, el azul de metileno se suministra a una parte de la boquilla de un aparato de pulverización a través de una corriente de aire separada de una corriente de aire que lleva el polvo de TiO_2 . Por ejemplo y refiriéndose a la figura 2B, el dispositivo 215 electrostático de pulverización manual comprende un conducto 230 de pigmento oxidable. Un pigmento oxidable, como por ejemplo el azul de metileno, se descarga desde el dispositivo 215 en combinación con el polvo de TiO_2 para formar una pulverización 250 que comprende una partícula de TiO_2 cargada y moléculas de Azul de Metileno cargadas.

La degradación del Azul de Metileno después de la deposición de un recubrimiento de TiO_2 sobre un sustrato se efectúa mediante la interacción con el par electrón-agujero ($e\text{-CB-h+VB}$). Houas A, Lachheb H, Ksibi M, Elaloui E, Guillard C, and Herrman J-M, Photocatalytic degradation pathway of Methylene Blue in water. Appl Catal B 31, 145-57 (2001) que propone el mecanismo del Esquema 1.

Esquema 1



7. Azul de Metileno (ads) + $\bullet\text{OH}$ $\rightarrow$ productos de degradación

En la etapa (2) del Esquema I, el $\text{O}_2(\text{ads})$ proviene del O_2 ambiente presente en el sistema y se adsorbió sobre la superficie del TiO_2 . El Azul de Metileno tiene una configuración catiónica, por lo tanto, debe ser adsorbido favorablemente a los sitios negativos de la superficie de h-TiO_2 , por ejemplo, Ti-O^- y posteriormente atacado por la fracción $\bullet\text{OH}$ muy activa, que conduce a la destrucción de la molécula de Azul de Metileno.

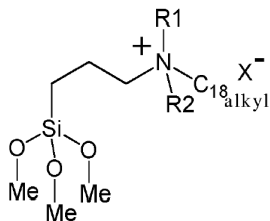
Las figuras 3 y 4 muestran imágenes del revestimiento formado sobre la superficie del vidrio. La figura 3 es una imagen de Microscopio de Fuerza Atómica a 50 micrones. La figura 4 es una imagen óptica que utiliza una geometría de transmisión con un objetivo 10x.

La composición de revestimiento de los solicitantes puede incorporarse en un miembro plano y flexible para formar una toallita desinfectante de material compuesto. La toallita desinfectante compuesta de los solicitantes es capaz de limpiar y eliminar los residuos de las superficies sucias y, al mismo tiempo, destruir los microorganismos indeseables, por ejemplo. Bacterias, moho, virus, priones y similares que se colonizan en las superficies comunes con las que las personas entran en contacto, como picaportes, encimeras, asientos de inodoros, pisos, camas, paredes y similares.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación de una superficie auto-descontaminante, que comprende:

recubrir una superficie con una mezcla que comprende un organosilano de estructura:



5

en la que R1 y R2 son alquilo, y X⁻ se selecciona del grupo que consiste en cloruro, bromuro y yoduro; y posteriormente recubrir la superficie con TiO₂.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que tanto el recubrimiento como el recubrimiento posterior comprenden un recubrimiento por pulverización electrostática, la mezcla que comprende un organosilano comprende además una mezcla acuosa de 3,6 por ciento en peso de dicho organosilano, y el TiO₂ comprende una suspensión coloidal de 3 por ciento en peso de TiO₂.

3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el recubrimiento posterior de TiO₂ comprende además un pigmento en combinación con el TiO₂.

4. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que dicho pigmento puede oxidarse con TiO₂.

5. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que dicho pigmento comprende azul de metileno.

6. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que la superficie auto-descontaminante exhibe una eliminación de 2,3 log de *Staphylococcus aureus* resistente a la Metilina (MRSA) 3 horas después de la inoculación inicial de la superficie con *Staphylococcus aureus* resistente a la Metilina (MRSA), según lo determinado por el uso de *Staphylococcus aureus* resistente a la metilina (SARM) se inocula de acuerdo con el procedimiento de prueba estándar ASTM E2149-10 para determinar la actividad antimicrobiana de los agentes antimicrobianos inmovilizados en condiciones de contacto dinámico.

FIG. 1

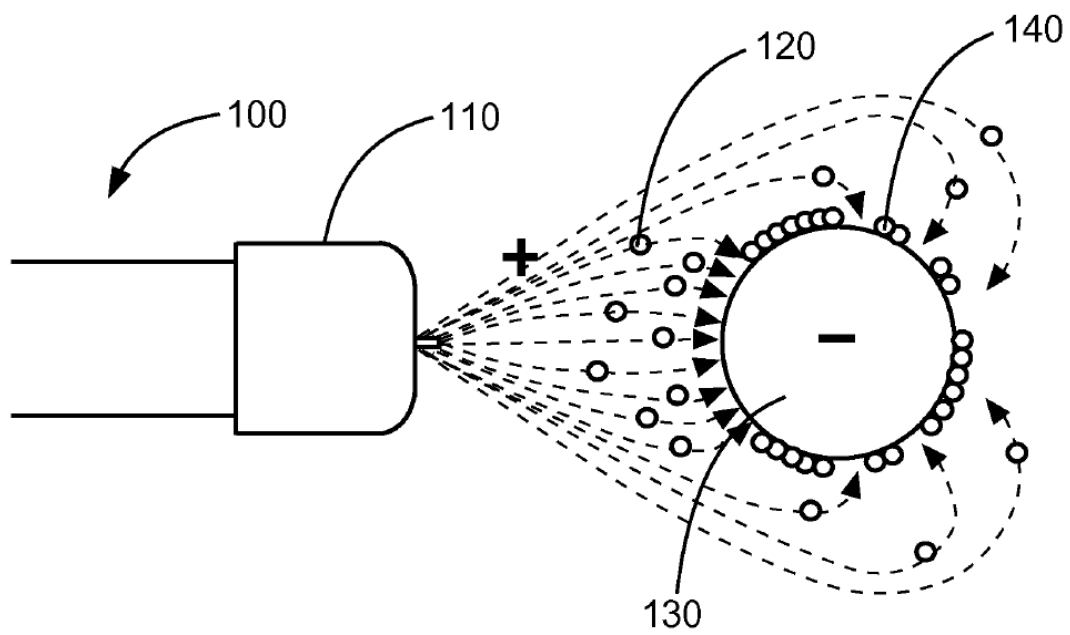


FIG. 2A

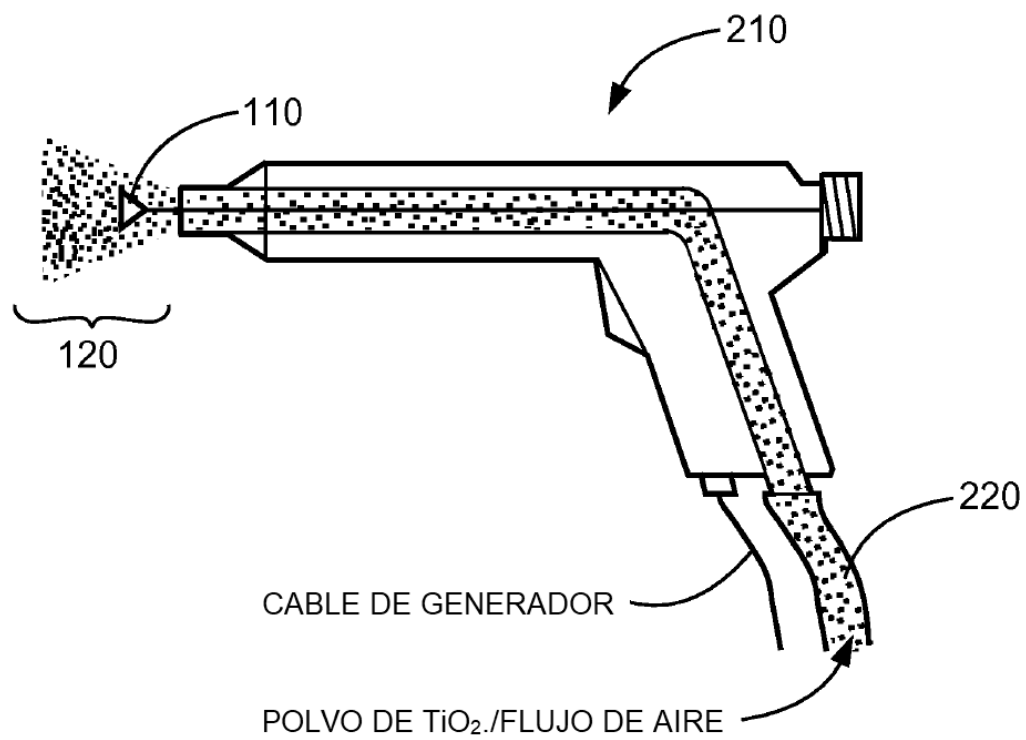


FIG. 2B

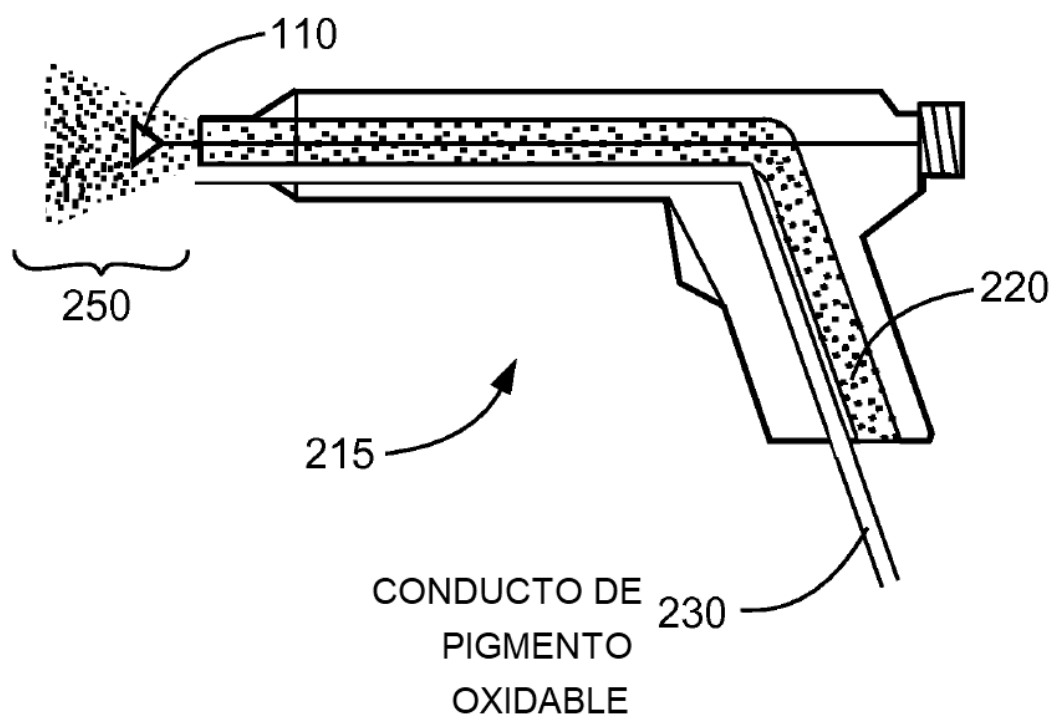


FIG. 3

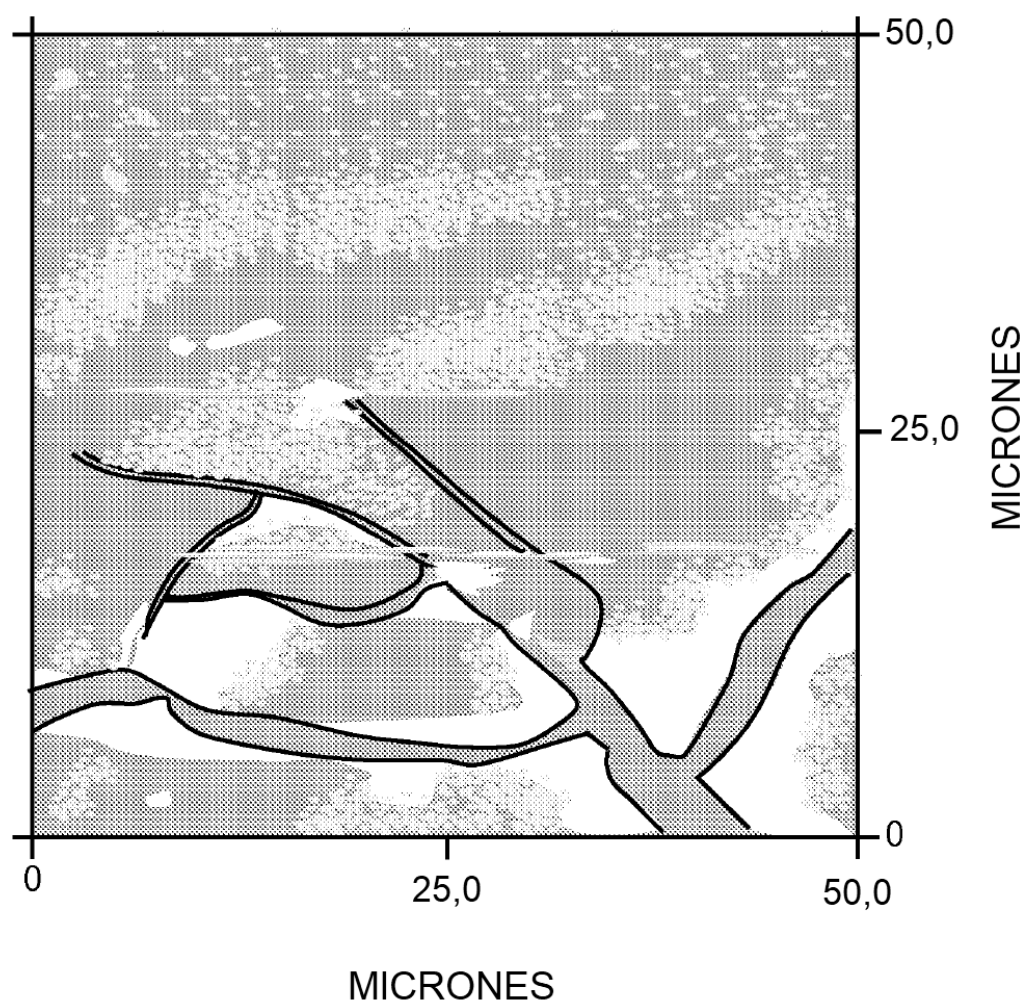


FIG. 4

IMAGEN ÓPTICA UTILIZANDO GEOMETRÍA DE TRANSMISIÓN CON TAMAÑO
DE IMAGEN OBJETIVO 10x: 2,4 MM X 1,8 MM

