



(11) *Número de Publicação:* PT 904323 E

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)
C09D005/14 A C09D005/03 B

(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

(22) *Data de depósito:* 1996.06.05

(30) *Prioridade:*

(43) *Data de publicação do pedido:*
1999.03.31

(45) *Data e BPI da concessão:*
2001.07.18

(73) *Titular(es):*

BIOCOTE LIMITED
LEAMORE CLOSE LEAMORE INDUSTRIAL ESTATE WALSALL
WEST MIDLANDS WS5 3BA GB

(72) *Inventor(es):*

RAINER CLOVER GB
HAROLD BRODIE GB

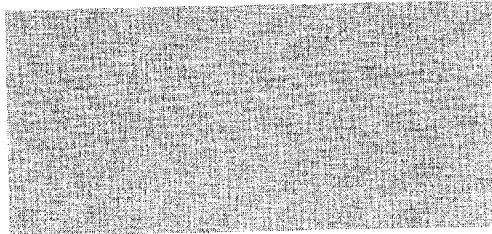
(74) *Mandatário(s):*

JOSÉ RAUL DE MAGALHÃES SIMÕES
AV. ESTADOS UNIDOS DA AMÉRICA 131, 7 AND.-C 1700-173
LISBOA PT

(54) *Epígrafe:* INIBIÇÃO DO CRESCIMENTO BACTERIANO

(57) *Resumo:*

INIBIÇÃO DO CRESCIMENTO BACTERIANO



INIBIÇÃO DO CRESCIMENTO BACTERIANO

MEMÓRIA DESCRITIVA

O presente invento refere-se à inibição do crescimento bacteriano e em particular à inibição do crescimento bacteriano num substrato. É um objectivo do invento proporcionar uma composição de revestimento antibacteriano para ser aplicada a um substrato.

Num aspecto, o invento proporciona um processo de distribuição de um biocida de modo substancialmente uniforme numa composição de revestimento em pó, compreendendo o processo:

- mistura de precursores de um pó polimérico e de um biocida e aquecimento da mistura;
- extrusão da mistura quente na forma de folha;
- granulação da folha; e
- moagem dos grânulos até se obter um pó.

Noutro aspecto, o invento proporciona uma composição de revestimento em pó substancialmente seco compreendendo partículas, sendo cada uma um pó polimérico e contendo biocida, perfazendo o biocida até 0,1 a 20% em peso da composição, e estando distribuído de modo substancialmente uniforme em toda a composição, quando preparada pelo processo estabelecido no parágrafo anterior.

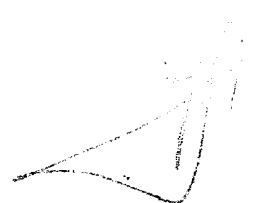
Ainda noutro aspecto, o presente invento proporciona um processo para proporcionar actividade biocida a um revestimento aplicado a um

substrato, compreendendo o processo a aplicação ao substrato de uma composição antimicrobiana de revestimento em pó substancialmente seco tal como definida no parágrafo imediatamente anterior, por pulverização electrostática, seguida de cozimento.

Noutro aspecto, o invento proporciona um produto possuindo sobre si um revestimento antimicrobiano, compreendendo o revestimento uma matriz de polímero endurecível e contendo partículas de biocida, estando as partículas de biocida distribuídas de modo substancialmente uniforme em todo o revestimento.

Os pós poliméricos particularmente adequados para formar a matriz da composição de revestimento incluem polímeros termoendurecíveis tais como epoxi, poliésteres, acrílicos e epoxipoliésteres. Os precursores são a resina e o seu endurecedor; estes estão disponíveis na forma de pó, pré-pigmentados ou transparentes. Podem ser utilizados para proporcionar uma variedade de acabamentos de superfície desejados – brilhante, mate e com textura. O invento também é aplicável a outros materiais poliméricos em pó, por exemplo, materiais termoplásticos, por exemplo, *nylon*, polietileno, polipropileno e EVA.

Tipicamente, os pós têm uma densidade entre 1,2 e 1,9 e uma dimensão de partículas das quais 100% são inferiores a 100 micra e 40 a 60% são superiores a 34 micra. Os pós termoendurecíveis podem ter temperaturas de cozimento, por exemplo, de pelo menos 120°, por exemplo 140° a 210°C dependendo, evidentemente, das características físicas do material específico utilizado.



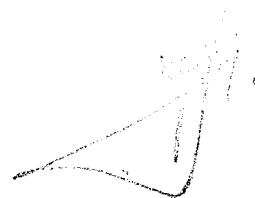
O biocida seleccionado pode ser activo contra bactérias Gram-positivas e/ou Gram-negativas, algas, fungos filamentosos ou leveduras e pode ser um biocida para fins genéricos que é activo contra mais do que uma destas categorias. Muitos biocidas podem ser adequadamente empregues no invento e o vulgar perito na arte será prontamente capaz de determinar, por experimentação de rotina, se a actividade biocida de um determinado biocida será suficientemente retida para as suas necessidades particulares no revestimento. Os critérios necessários são que o biocida possa ser proporcionado numa forma em pó adequada e que possa sobreviver ao processo de revestimento.

Verificou-se que as classes de biocidas particularmente adequadas incluem:

Tricloro-hidroxidifeniléteres, por exemplo 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxidifeniléter,
Metilureias, por exemplo 3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilureia,
Imidazolcarbamatos.

A matriz da composição de revestimento pode ser proporcionada por qualquer material adequado que possa ser fabricado na forma de pó, dê as propriedades desejadas, por exemplo durabilidade, ao revestimento aplicado e se ligue de modo satisfatório à superfície do substrato.

De preferência o produto ao qual é aplicado o revestimento é de metal, embora o invento não esteja limitado ao mesmo e inclui, por exemplo, utensílios domésticos (os denominados produtos branco e castanho), superfícies de trabalho para uso doméstico e industrial, produtos arquitectónicos e outros produtos de engenharia, tais como corrimãos, puxadores de portas e pratos; mobiliário de jardim; e



semelhantes. Os substratos típicos podem ser, por exemplo, metais ferrosos, aços revestidos de zinco, alumínio e semelhantes. O produto pode ser portanto utilizado em qualquer ambiente em que a higiene constitua uma vantagem.

As composições de revestimento em pó do invento podem ser aplicadas, como atrás indicado, por pulverização electrostática, que pode ser manual ou automática, ou por pulverização carregada por fricção.

Os materiais particularmente adequados para formar a matriz da composição de revestimento incluem epoxi, poliésteres e epoxipoliésteres e estão disponíveis na forma de pó, pré-pigmentado, e para proporcionar uma variedade de acabamentos de superfícies desejados – brilhante, mate e com textura. Contudo, o invento não está assim limitada e é também aplicável à utilização de outros materiais poliméricos em pó, por exemplo, materiais termoplásticos, por exemplo *nylon*, acrílicos, polietileno, polipropileno e EVA.

Tipicamente, os pós de matriz podem ter uma densidade de 1,2 a 1,9 e uma dimensão de partículas das quais 100% são inferiores a 100 micra e 40 a 60% são superiores a 34 micra. Podem ter temperaturas de cozimento, por exemplo, de pelo menos 120°C, por exemplo 140° a 210°C, dependendo, evidentemente, das características físicas do material específico utilizado.

O biocida, quando utilizado na forma de um pó separado, é preferivelmente seleccionado de modo a ter uma distribuição de dimensões de partículas semelhante à do pó de matriz.

A quantidade de biocida incorporada na composição em pó variará dependendo do uso final pretendido e da potência e natureza do biocida particular. Assim, as quantidades adequadas podem ser prontamente determinadas a partir de valores de *mic* conhecidos do biocida particular. Por exemplo, pode-se utilizar até 20% em peso de biocida com base na composição total em pó. Tipicamente, as proporções úteis são de 0,1 a 10% em peso da composição total em pó, especialmente de 2 a 6% em peso.

Podem ser incluídos outros ingredientes na composição em pó, por exemplo, agentes de fluidez, dispersantes, conservantes.

A mistura em pó incorporando o pó biocida tem uma boa vida em armazém dependendo do biocida particular utilizado, mas, em alternativa, pode ser misturada pouco antes da utilização.

Tal como é bem entendido na arte dos revestimentos, o substrato tem que ser cuidadosamente limpo antes da aplicação da mistura em pó e a limpeza, por exemplo por meios de projecção de gralha e/ou químicos, pode ser realizada por meios convencionais.

São adicionalmente descritas nos Exemplos que se seguem formas de realização específicas do invento:

Exemplo 1

Foram preparadas composições de revestimento em pó pigmentadas por mistura dos seguintes materiais em pó na proporção apresentada:

	Partes em peso
BIOCIDA	0 a 6
Pó de matriz	100 a 94

O BIOCIDA era um 2,4,4¹-triclóro-2¹-hidroxidifeniléter fornecido por CIBA GEIGY como IRGASAN DP 300. O pó de matriz era um poliéster em pó patenteado.

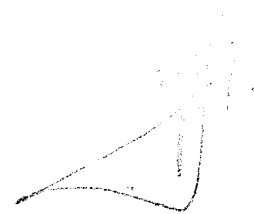
A mistura em pó foi pulverizada electrostaticamente sobre uma superfície metálica que tinha sido previamente desengordurada, limpa por projecção de gralha, para proporcionar várias lâminas amostra revestidas apenas numa superfície.

Prepararam-se placas de tapetes bacterianos de cinco bactérias diferentes, como indicado no Quadro 1 adiante, em ágar de triptona de soja e colocou-se uma lâmina amostra, com o lado revestido para baixo, no centro de cada placa. As placas foram incubadas a 37°C durante 24-48 horas e observadas quanto a zonas de inibição.

Os resultados estão apresentados no Quadro 1 que se segue, baseados em 3 réplicas por lâmina:

QUADRO 1

Organismo	Percentagem de biocida			
	0	2	4	6
<i>E. coli</i>	---	+--	+--	+--
<i>P. aeruginosa</i>	---	+--	+--	+--
<i>S. typhimurium</i>	---	---	---	---
<i>S. aureus</i>	+--	+--	+--	+--
<i>S. faecalis</i>	---	---	+--	---
+-- = indica inibição				
--- = sem inibição				



Exemplo 2

Preparou-se uma composição de revestimento em pó por mistura dos seguintes materiais em pó nas proporções apresentadas.

	Partes em peso
BIOCIDA	6
Pó de matriz	94

O BIOCIDA era o do Exemplo 1.

O pó de matriz era um poliéster fornecido por H.B. Fuller Coatings Limited, Birmingham, Inglaterra, com a identificação OMEGA PC P6/035.

Pulverizou-se a mistura em pó sobre lâminas de vidro de microscópio com cerca de 25 mm de largura a uma temperatura de 200°C durante cinco minutos.

Prepararam-se como se segue, placas de tapetes bacterianos de oito bactérias diferentes, como apresentado no Quadro 2 adiante. Colocaram-se as lâminas revestidas, com a face revestida para cima, em placas de Petri contendo ágar nutriente como no Exemplo 1. Uma película fina do nutriente cobriu as lâminas de teste. Aplicou-se cada bactéria numa linha atravessando um disco e continuando sobre a lâmina de teste. Tal como anteriormente, testou-se um conjunto de três amostras em cada caso, *i.e.*, em cada operação.

No Quadro 2 apresentam-se o Grau de Inibição (GDI) e a Zona de Inibição (ZDI) em mm. O GDI indica a quantidade da largura de cada

linha de bactérias que desapareceu e a GDI indica a quantidade do comprimento da linha de organismos que atravessa, e de cada lado da sua lâmina que desapareceu.

Organismo	Operação 1		Operação 2	
	GDI	ZDI (mm)	GDI	ZDI (mm)
<i>Staphylococcus aureus</i> (Osford)	Completa	55	Completa	55
<i>Staphylococcus aureus</i> (Resistente)	Completa	50	Completa	45
<i>Enterococcus faecalis</i>	50%	25	50%	25
<i>Escherichia coli</i>	Completa	30	Completa	30
<i>Salmonella typhimurium</i>	Completa	30	Completa	30
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	NADA	-	NADA	-
<i>Corynebacterium diphtheria</i> (não tóxica)	50%	25	50%	25
<i>Bacillus subtilis</i>	Completa	35	Completa	35

Exemplo 3

Repetiu-se o Exemplo 2, mas utilizando os seis organismos apresentados no Quadro 3 adiante e utilizando concentrações de biocida entre 0 e 20% em peso. As Zonas de Inibição foram novamente medidas e estão indicadas no Quadro 3.

QUADRO 3

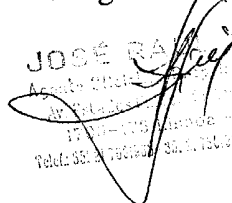
	Concentração de biocida (% p/p)				
	0	6	10	15	20
<i>E. coli</i>	0	31	43,7	57,3	49,3
<i>Strep. Faecalis</i>	0	25	25	25	26,7
<i>S. aureus</i> (Oxford)	42	52,3	76,7	100	100
<i>S. aureus</i> (Resistente)	42,3	53,7	100	100	100
<i>P. aeruginosa</i>	0	0	0	0	0
<i>B. subtilis</i>	0	26	32	41,6	43
<i>Salmonella typhimurium</i>	0	25,3	32	39	43

Entender-se-á que a invenção não está limitada às formas de realização específicas descritas. Por exemplo, outra técnica adequada para aplicação do revestimento a um substrato metálico é a denominada técnica de revestimento de plásticos em que o substrato é pré-aquecido e mergulhado num leito do pó. Uma técnica deste tipo faz também parte do presente invento.

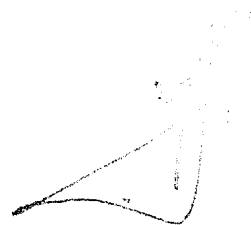
Lisboa, 12 de Outubro de 2001

Pela Requerente

O Agente Oficial


JOSÉ RAIMUNDO SOARES
Agente Oficial - Patentes e Marcas
Av. 25 de Abril, 161 - 1.º andar - 1200-028 Lisboa
Tel: 218 41 70 00 / 218 41 70 01 Fax: 218 41 70 02

REIVINDICAÇÕES



1. Processo de distribuição de um biocida de modo substancialmente uniforme numa composição de revestimento em pó, processo esse que compreende:

- a mistura de precursores de um pó polimérico com o biocida e aquecimento da mistura;
- a extrusão da mistura quente na forma de folha;
- a granulação da folha; e
- a moagem dos grânulos até se obter um pó.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, incluindo a fase de moagem do pó até se obter a dimensão de partículas apropriada para pulverização electrostática.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, em que o biocida é misturado com os precursores do polímero numa razão ponderal para proporcionar 0,1 a 20% em peso do pó formado.

4. Processo de acordo com a reivindicação 3, em que o biocida está presente numa quantidade de 2 a 5% em peso no pó formado.

5. Processo de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, em que o biocida é um tricloro-hidroxidifeniléter.

6. Processo de acordo com a reivindicação 5, em que o biocida é 2,4,4'-tricloro-2'-hidroxidifeniléter.

7. Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 4, em que o biocida é uma metilureia.

8. Processo de acordo com a reivindicação 7, em que o biocida é 3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilureia.
9. Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 4, em que o biocida é um imidazolcarbamato.
10. Processo de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, em que o pó polimérico tem uma densidade de 1,2 a 1,9 e uma dimensão de partículas inferior a 100 micra.
11. Processo de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, em que as partículas poliméricas compreendem um pó de poliéster ou epoxipoliéster ou acrílico.
12. Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 10, em que as partículas poliméricas compreendem *nylon*, polipropileno, polietileno ou EVA ou outro pó termoplástico.
13. Composição de revestimento em pó substancialmente seco compreendendo partículas, sendo cada uma um pó polimérico e contendo biocida, perfazendo o biocida de 0,1 a 20% em peso da composição e estando distribuído de forma substancialmente uniforme em toda a composição, quando preparada por um processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 12.
14. Composição de revestimento em pó substancialmente seco compreendendo partículas de polímero termoendurecível, contendo cada uma biocida, perfazendo o biocida de 0,1 a 20% em peso da composição, sendo o biocida um tricloro-hidroxidifeniléter; uma metilureia ou um imidazolcarbamato, quando preparada por um processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 12.
15. Composição de acordo com a reivindicação 14, em que o polímero termoendurecível é poliéster ou epoxipoliéster ou acrílico.

16. Composição de revestimento em pó substancialmente seco compreendendo partículas de material termoplástico contendo cada uma de 0,1 a 20% em peso de um biocida que é um tricloro-hidroxidifeniléter, uma metilureia ou um imidazolcarbamato, quando preparada por um processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 12.

17. Composição de revestimento em pó de acordo com a reivindicação 16, em que o material termoplástico é *nylon*, polipropileno, polietileno ou EVA.

18. Processo para proporcionar actividade biocida a um revestimento aplicado a um substrato, compreendendo o processo a aplicação de uma composição de revestimento antimicrobiana, em pó substancialmente seco, de acordo com qualquer das reivindicações 13 a 17, ao substrato por pulverização electrostática seguida por cozimento.

19. Produto possuindo um revestimento antimicrobiano, compreendendo o revestimento uma matriz de polímero endurecível e contendo partículas de biocida, estando as partículas de biocida distribuídas de modo substancialmente uniforme em todo o revestimento e tendo sido aplicado por um processo de acordo com a reivindicação 18.

Lisboa, 12 de Outubro de 2001

Pela Requerente

O Agente Oficial

JOSE RAUL CHAGAS
Agente Oficial da Propriedade Industrial
Av. Eng.º António de Almeida, 100 - 1.º andar
1700-070 Lisboa - Portugal
Tel: 21 451 00 00 - Fax: 21 451 00 01