



República Federativa do Brasil

Ministério do Desenvolvimento, Indústria,
Comércio e Serviços

Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112019010031-8 B1

(22) Data do Depósito: 16/11/2017

(45) Data de Concessão: 09/04/2024

(54) Título: PROCESSO PARA PRODUZIR MATERIAL FIBROSO COM PROPRIEDADES ANTIMICROBIANAS, MATERIAL FIBROSO COM PROPRIEDADES ANTIMICROBIANAS, SEU USO E COMPOSIÇÃO ANTIMICROBIANA AQUOSA PARA USO COMO UM CONCENTRADO SOLÚVEL EM ÁGUA NO TRATAMENTO DE MATERIAIS FIBROSOS

(51) Int.Cl.: D06M 16/00; D06M 13/203; D06M 15/17; A01N 37/08; A01N 65/06.

(30) Prioridade Unionista: 17/11/2016 FI 20165868.

(73) Titular(es): NORDIC BIOTECH GROUP OY.

(72) Inventor(es): KARI HOLOPAINEN.

(86) Pedido PCT: PCT FI2017050790 de 16/11/2017

(87) Publicação PCT: WO 2018/091783 de 24/05/2018

(85) Data do Início da Fase Nacional: 16/05/2019

(57) Resumo: A divulgação refere-se a um processo para produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas, em que na primeira etapa a composição de ácido de resina conífera é emulsificada em solução aquosa com emulsionante e o agente umectante, e na segunda etapa a emulsão assim formada é transferida em material fibroso por impregnação. Além disso, a divulgação refere-se a uma composição antimicrobiana aquosa para o uso como um concentrado solúvel em água no tratamento de materiais fibrosos, e a um material fibroso com propriedades antimicrobianas, e para seu uso em, por exemplo, tecidos, peles, couros, roupas, telas, tecidos, plásticos, teias, acessórios, materiais de empacotamento, papéis de parede, produtos relacionados a alimentos, produtos domésticos, calçado, materiais de construção, materiais isolantes e produtos médicos.

**"PROCESSO PARA PRODUZIR MATERIAL FIBROSO COM PROPRIEDADES
ANTIMICROBIANAS, MATERIAL FIBROSO COM PROPRIEDADES
ANTIMICROBIANAS, SEU USO E COMPOSIÇÃO ANTIMICROBIANA AQUOSA
PARA USO COMO UM CONCENTRADO SOLÚVEL EM ÁGUA NO TRATAMENTO
DE MATERIAIS FIBROSOS"**

CAMPO DA DIVULGAÇÃO

[001] A presente divulgação refere-se a um processo para produzir material fibroso antimicrobiano tal como fibra ou tecido, e mais particularmente a materiais fibrosos com propriedades antimicrobianas compreendendo ácidos de resina coníferas. Além disso, refere-se a material fibroso produzido pelo processo divulgado e ao uso do material fibroso com propriedades antimicrobianas.

FUNDAMENTOS DA DIVULGAÇÃO

[002] Os produtos fibrosos, tais como tecidos, tipicamente têm estruturas fibrosas e porosas que fornecem bom meio de crescimento para muitas bactérias, fungos e viroses. A maioria dos têxteis têm pouca resistência aos micro-organismos e, portanto, o acabamento antimicrobiano de tecidos é uma maneira econômica para evitar danos para o corpo humano. Também, em países onde o clima é favorável para o crescimento bacteriano devido aos altos valores de umidade e temperatura, os produtos fibrosos com propriedades antimicrobianas são realmente desejados e necessários.

[003] Tipicamente, o efeito antimicrobiano é obtido através da aplicação de produtos químicos específicos durante o estágio de acabamento do produto fibroso, ou através da incorporação destas substâncias em fibras químicas durante o processo de fiação. Por exemplo, clorito de sódio é um agente anti-mofo que é comumente usado em

produtos fibrosos, tais como tecidos, para melhorar sua estabilidade de armazenamento. Entretanto, foi classificado como tóxico, perigoso para o meio ambiente e prejudicial à saúde. Assim, os produtos fibrosos contendo o dito produto químico deve ser manejado com cuidado e a indústria está constantemente à procura de compostos alternativos mais seguros para o substituir.

[004] Atualmente, existem muitos tipos de produtos fibrosos com propriedades antimicrobianas no mercado e muitos daqueles produtos utilizam partículas orgânicas ou inorgânicas como agentes antimicrobianos. Por exemplo, cobre, prata, estanho e zinco estão sendo usados como agentes antimicrobianos por causa de suas propriedades antimicrobianas e/ou antifúngicas eficazes. Esses compostos podem ser aplicados topicamente às fibras ou tecidos ou nas fibras durante os processos de fabricação dos materiais fibrosos. Tipicamente, o agente antimicrobiano, tal como prata, é incorporado no material fibroso por ebulição a temperaturas relativamente altas, por exemplo, a 180 °C por 30 minutos.

[005] US20050136100 divulga fibras ocas sintéticas antimicrobianas e/ou antifúngicas e vários produtos feitos parcialmente ou totalmente a partir dos quais são formados em formatos oco puro ou oco simulado e compostos de vários polímeros termoplásticos que tem dispersos neles aditivos orgânicos ou inorgânicos, antimicrobianos incorporados em portadores tais como fosfato de zircônio, zeólitos ou vidro dissolúvel. Os agentes orgânicos podem incluir triclosan e/ou outros produtos químicos antimicrobianos. Os produtos são obtidos aquecendo-se o

polímero de fibra, por exemplo, tereftalato de polietileno (PET), entre 180° e 230° Fahrenheit em água quente que permite carga de metal adicional ou troca iônica para substituir íons de metal residentes com um outro íon ou mistura de íons.

[006] EP2102408 divulga o método para o acabamento antimicrobiano de têxteis ou fibras que consiste essencialmente de materiais sintéticos, em que uma solução aquosa de um componente iniciador orgânico, que aumenta a hidrofobicidade da superfície dos têxteis ou fibras e, como componente antimicrobiano, pelo menos um composto de amônio quaternário orgânico e onde o componente iniciador consiste de um ou mais dos seguintes compostos: ácidos mono- ou di carboxílicos aromáticos, onde estes também podem ser substituídos por grupos hidróxi; mono- e diaminas aromáticas; mono- e diálcoois aromáticos; ácido mono- ou di carboxílico alifático tendo 6 a 26 átomos de carbono, onde estes também podem ser substituídos por grupos hidróxi ou amino; aminas primárias, secundárias ou terciárias, alifáticas tendo 6 a 26 átomos de carbono; álcoois primários ou secundários, alifáticos tendo 6 a 26 átomos de carbono; mercaptanos primários, alifáticos tendo 6 a 26 átomos de carbono; aminoácidos, e um solvente são aplicados aos têxteis ou fibras ao mesmo tempo ou em um tempo diferente. A publicação divulga também a composição antimicrobiana e seu uso para o acabamento antimicrobiano de têxteis, fibras e fios por meio de processos de enchimento, aplicação de espuma, processos de pulverização, método de revestimento ou extração.

[007] Uma das desvantagens de alguma da

técnica anterior é que tipicamente os aditivos antimicrobianos são aplicados topicamente às fibras ou tecidos e tendem a lavar-se ou desgastar-se com o passar do tempo e tornar-se ineficaz. Também, lavando-se os aditivos são colocados no fluxo de água residual. Além disso, como os aditivos antimicrobianos são liberados das fibras, tais como têxteis, eles podem causar reações alérgicas ou irritação à pele. Por outro lado, quando os aditivos antimicrobianos, tal como prata, são aplicados nas fibras já durante o processo de fabricação as fibras tendem perder ou diminuir algumas de suas características de qualidade, tais como respirabilidade e suavidade.

[008] Assim, existe uma necessidade para fibras antimicrobianas (antibacterianas, antivirais e/ou antifúngicas) que mantenham sua efetividade antimicrobiana mesmo depois de repetidos usos e fornecem excelente textura, suavidade e vestibilidade.

BREVE DESCRIÇÃO DA DIVULGAÇÃO

[009] Um objeto da presente divulgação é fornecer um processo para produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas de modo a ultrapassar os problemas acima. Um outro objeto da presente divulgação é fornecer um produto fibroso com propriedades antimicrobianas, e uma composição antimicrobiana aquosa para o uso no processo para produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas.

[0010] A divulgação é baseada na ideia de produzir um material fibroso com propriedades antimicrobianas primeiro emulsificando a composição de resina de ácido conífera em solução aquosa com emulsionante,

depois disso, transferindo a emulsão assim formada em material fibroso por impregnação e opcionalmente depois de tratar o material fibroso para formar um acabado produto. Uma vantagem do processo da divulgação é que pelo novo processo é possível produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas de longa duração. Também, uma outra vantagem do processo da divulgação é que pelo novo processo é possível produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas que não é prejudicial para o meio ambiente ou animais incluindo seres humanos. Ainda, uma outra vantagem do processo da divulgação é que o processo é simples e economiza tempo, porque altas temperaturas e tempos de processamento longos não são necessários. Além disso, uma outra vantagem do processo da divulgação é que com o processo é possível fabricar produtos fibrosos que podem ser armazenados e transportados em vários ambientes sem apodrecer, deteriorar ou causar qualquer dano aos animais incluindo seres humanos.

[0011] Ainda, uma outra vantagem do processo da divulgação é que pelo novo processo é possível produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas que podem ser usadas em várias aplicações médicas. O material fibroso com propriedades antimicrobianas é adequado para o uso, por exemplo, em fios cirúrgicos, caso este em que, por exemplo, uma ferida pode ser costurada com o material fibroso com propriedades antimicrobianas e o dito fio antimicrobiano não tóxico pode ser derretido na ferida e assim evitar infecções.

[0012] Além disso, uma vantagem do processo da divulgação é que pelo novo processo é possível produzir material fibroso que pode ser ainda mais processado. Por

exemplo, o material fibroso com propriedades antimicrobianas produzido pelo novo processo é fácil de manusear e pode facilmente ser tingido e processado. Isso é considerado como uma vantagem, porque alguns agentes antimicrobianos comumente usados, semelhantes a compostos de amônio quaternário, podem afetar adversamente a capacidade de tingimento dos produtos fibrosos.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

[0013] As Figuras 1 e 2 são micrografias de elétron que mostram um material fibroso tratado com uma solução de álcool de ácidos de resina coníferas. A solução continha cerca de 70% de etanol e cerca de 1% de ácidos de resina coníferas. O material fibroso foi tecido, e após a impregnação o dito tecido foi adequadamente seco até estar completamente seco.

[0014] As Figuras 3 e 4 são micrografias de elétron que mostram o mesmo material fibroso como nas Figuras 1 e 2, mas em vez disso, foi impregnado na emulsão de ácido de resina conífera aquosa de acordo com a invenção. A dita emulsão de resina de ácido conífera continha a mesma quantidade de ácidos de resina como a solução alcoólica, isto é, cerca de 1% de ácidos de resina coníferas. As Figuras 3 e 4 mostram um líquido molecular suave e uniformemente distribuído de ácidos de resina coníferas no material fibroso que cobre as fibras.

[0015] As Figuras 5 e 6 são micrografias de elétron que mostram o mesmo material fibroso original como nas Figuras 1 a 4, mas o material fibroso não foi tratado.

[0016] As Figuras 7 e 8 são micrografias de elétron que mostram o mesmo material fibroso original como

nas Figuras 1 a 6, mas em vez disso, foi impregnado na dispersão de ácido de resina conífera aquosa (pulverização da ferida de Repolar Pharmaceuticals) com o nome comercial AniDes® compreendendo aqua, glicerina, Propanediol, Triglicerídeo caprílico/cáprico, (Picea abies) extrato de resina de Abeta Noruega, Laureato sorbitano, Laureato poliglicerol, Citrato de dilarurila, Goma xantana, Sorbato de potássio, Benzoato de denatômio, Hidróxido de sódio. Após a impregnação o dito material fibroso foi adequadamente seco.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA DIVULGAÇÃO

[0017] A divulgação é baseada na ideia de produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas primeiro emulsificando a composição de ácido de conifônia/resina conífera em solução aquosa com emulsionante, depois disso transferindo a emulsão assim formada em material fibroso por impregnação e opcionalmente depois de tratar o material fibroso para formar um produto acabado.

[0018] A divulgação refere-se a um processo para produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas que compreende as seguintes etapas:

I) emulsificar a composição de resina de ácido conífera em solução aquosa com emulsionante e agente umectante,

II) transferir a emulsão assim formada em material fibroso por impregnação.

[0019] Em uma primeira modalidade, o processo para produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas compreende as seguintes etapas:

I) emulsificar a composição de resina de ácido

conífera em solução aquosa com emulsionante que serve também como agente umectante,

II) transferir a emulsão assim formada em material fibroso por impregnação,

III) depois de tratar material fibroso impregnado, em que na etapa I) um concentrado de água solúvel de composição de resina de ácido conífera é preparado misturando-se a composição de resina de ácido conífera com um solvente adequado e solução emulsionante aquosa; na etapa II) a emulsão assim formada é transferida em material fibroso por impregnação e depois disso seca; na etapa III) o material fibroso é depois tratado por lavagem e/ou secagem.

[0020] Ainda, de acordo com a primeira modalidade o processo para produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas é realizado em três etapas, em que na etapa I) a composição de resina de ácido conífera é emulsificada em solução aquosa com emulsionante e o agente umectante primeiro preparando um concentrado solúvel em água de composição de resina de ácido conífera misturando-se a composição de resina de ácido conífera com um solvente adequado, e em paralelo fornecendo uma solução aquosa de emulsionante que serve também como agente umectante, em seguida misturando a composição de resina de ácido conífera e as soluções emulsionantes para obter um concentrado de água solúvel; na etapa II) a emulsão assim formada é transferida em material fibroso por impregnação primeiro preparando a solução de trabalho aquosa estável de concentrado solúvel em água diluindo-se com água em razões variáveis e, em seguida, imergindo o material fibroso na solução de trabalho até ficar completamente molhado e depois

disso secar o material fibroso para garantir a remoção completa do solvente; na etapa III) o material fibroso é depois tratado para formar um produto acabado lavando-se o material fibroso seco com água até não ocorrer espuma, e em seguida opcionalmente secar o material fibroso lavado até secar.

[0021] Em uma segunda modalidade, o processo para produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas é realizado em duas etapas, em que na etapa I) a composição de resina de ácido conífera é emulsificada em solução aquosa com emulsionante e o agente umectante primeiro preparando um concentrado de água solúvel de composição de resina de ácido conífera misturando-se a composição de resina de ácido conífera com um solvente adequado, em seguida, opcionalmente adicionando e misturando pH regulador, após adicionar e misturar o emulsionante e finalmente adicionar e misturar o agente umectante até que as bolhas de ar sejam removidas e, em seguida usualmente adicionar e misturar gradualmente água destilada; na etapa II) a emulsão assim formada é transferida em material fibroso por impregnação primeiro preparando a solução de trabalho aquosa estável de concentrado solúvel em água diluindo-se com água em razões de, por exemplo, 1:200 e superiores e, em seguida, impregnar o material fibroso na solução de trabalho até ficar completamente molhado e, depois disso, opcionalmente secar o material fibroso para garantir a remoção completa do solvente.

[0022] Na segunda modalidade depois do tratamento do material fibroso que compreende ácidos de resina coníferas não são necessários. O material fibroso com

propriedades antimicrobianas não precisa ser lavado e(ou) seco, porque a quantidade de solvente e emulsificante é pequena o suficiente para não afetar as propriedades do produto. Assim, o processo para produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas não compreende qualquer pós-tratamento, tal como lavagem e/ou secagem, para obter o produto material fibroso com propriedades antimicrobianas.

[0023] De acordo com uma outra modalidade, o processo para produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas é realizado em duas etapas, em que na etapa I) a composição de resina de ácido conífera é emulsificada em solução aquosa com emulsificante e o agente umectante primeiro preparando um concentrado solúvel em água de composição de resina de ácido conífera misturando-se a composição de resina de ácido conífera com um solvente adequado, e em paralelo preparando uma solução aquosa de emulsificante e agente umectante, em seguida, misturando a composição de resina de ácido conífera e as soluções emulsionantes para obter um concentrado de água solúvel; na etapa II) a emulsão assim formada é transferida em material fibroso por impregnação primeiro preparando a solução de trabalho aquosa estável de concentrado solúvel em água diluindo-se com água em razões variáveis e, em seguida, impregnando o material fibroso na solução de trabalho até ficar completamente molhado e, depois disso, secar o material fibroso para garantir a remoção completa do solvente; na etapa III) o material fibroso é depois tratado para formar um produto acabado lavando-se o material fibroso completamente seco com água até não ocorrer espuma e, em seguida, secar o material fibroso lavado até estar

completamente seco.

[0024] Em uma modalidade, o emulsionante também serve como agente umectante.

[0025] O termo "material fibroso" aqui significa material fibroso que é selecionado a partir de animal, planta, mineral ou fibras sintéticas e/ou suas misturas. Assim, o material fibroso pode ser selecionado a partir de fibras sintéticas selecionado a partir de grupo que consiste de linha, polpa, papel, fibra de carbono (materiais compósitos), fibra de viscose, náilon, cupro, poliéster, kevlar, elastano, raiom, fibra de vidro, fibra metálica, vinyon, saran, elastano, vinalon, aramidas, modais, dinema/espectros, PBI (fibra de polibenzimidazol), acetato, celofane, poliolefina, acrílico e poliéster e/ou suas misturas, ou de fibras de animais selecionados a partir de grupo que consiste de seda, lã, alpaca, qiviut, merino, angorá, caxemira, bisão, vicunha, iaque, alpaca (Huacaya), camelo, guanaco, lama (Tapada), chinchila, mohair, lama (Ccara), ou de fibras de planta selecionadas a partir de grupo que consiste de algodão, linho, sumaúma, linho, cânhamo, sisal, juta, kenaf, bambu e coco, sansevieria, fique, banana, agave, linho, juta, kenaf, rami, vime, vinha, trigo, arroz, cevada e outras culturas incluindo fibras de gramíneas e madeira e/ou suas misturas, ou de fibras minerais selecionadas a partir de grupo que consiste de lã de vidro, lã de rocha, lã de escória e fibra cerâmica e/ou suas misturas. Assim, o material fibroso pode ser fibras como tal ou produto fibroso, por exemplo, tecido.

[0026] O termo "emulsão" aqui significa solução suave e estável que difere de dispersão em que a emulsão é

estável e suave, enquanto a dispersão contém moléculas maiores.

[0027] O termo "impregnação" aqui significa transferir a emulsão em material fibroso por impregnação, imersão, pulverização, revestimento, imersão e/ou durante a formação de manta produzida pelo ar ou úmida. O revestimento pode ser realizado por revestimento com faca (faca flutuante) ou revestimento direto, revestimento direto por rolo, cura a seco, revestimento de calandragem, revestimento de extrusão por fusão a quente e/ou acabamento de espuma.

[0028] Assim, a impregnação pode ser realizada por impregnação, imersão, pulverização, revestimento, imersão e/ou durante a formação de manta produzidas pelo ar ou úmida.

[0029] O termo "líquido molecular" aqui significa o líquido formado na superfície tratada e/ou dentro de seus poros. O líquido molecular pode agir como um líquido molecular bioativo e como uma barreira física.

[0030] O líquido molecular bioativo fornece propriedades antimicrobianas imobilizando-se micróbios e evitando sua disseminação para áreas circundantes.

[0031] Em uma modalidade, o material fibroso é algodão ou poliéster. Em uma outra modalidade, o material fibroso é uma mistura de algodão e poliéster. Ainda em uma outra modalidade preferível o material fibroso é uma mistura de algodão, poliéster e elastano.

[0032] Em uma modalidade, o material fibroso é seda. Em uma outra modalidade, o material fibroso é poli(tetrafluoroetileno) (PTFE). Ainda, em uma modalidade, o material fibroso é poli(fluoreto de vinilideno) ou

difluoreto de polivinilideno (PVDF). O material fibroso que consiste de PVDF é particularmente adequado para o uso como material de sutura e/ou malha cirúrgica.

[0033] Em uma modalidade, o material fibroso é PGA ou PLLA e/ou suas misturas.

[0034] O material fibroso pode ser tecido ou não-tecido.

[0035] Além disso, de acordo com uma modalidade o material fibroso é material de sutura, tal como material de sutura biológico degradável tal como materiais com base em colágeno, categute, ou biopolímeros não degradáveis tais como seda ou celulose (algodão). Em uma modalidade, o material fibroso é material reabsorvível sintético tal como poli(ácido glicólico) (PGA) e/ou poli(ácido L-láctico) (PLLA).

[0036] Em uma modalidade, o material fibroso pode ser qualquer material fibroso adequado para o uso em produtos, aplicações e dispositivos médicos. Assim, em uma modalidade o material fibroso é selecionado a partir de materiais fibrosos adequados para o uso em curativos de ferida, materiais de sutura, malhas cirúrgicas e/ou implantes ortopédicos.

[0037] A composição de resina de ácido conífera aqui significa ácidos de resina/colifónia obtidos de fração destilação de tall oil bruto, que é derivado de processos kraft de produção de celulose de árvores coníferas.

[0038] O termo "composição de resina de ácido conífera" é significado incluir ácidos de resina coníferas derivados de uma fonte natural, como colifónia tal como resina abeta, e uma fração de ácidos de resina obtida

destilando-se tall oil bruto derivado de processo kraft de produção de celulose de madeira. Particularmente, de preferência a composição de resina de ácido conífera inclui pelo menos os seguintes ácidos de resina coníferas: ácido pimárico, ácido sandaracopimárico, ácidos di-hidroabiéticos, ácido levopimárico, ácido palústrico, ácido isopimárico, ácido 8,12 abiético, ácido abiético, ácido desidroabiético, ácido neoabiético, ácido abiético desidrode-hidro. Assim, o termo "composição de resina de ácido conífera" tem o mesmo significado como o termo "composição de ácido de colifónia conífera". Em uma modalidade, os ácidos de resina conífera são obtidos como uma fração de destilação a partir da destilação de tall oil bruto.

[0039] Em uma modalidade, a composição de resina de ácido conífera compreende ácidos de resina conífera em pelo menos as seguintes razões: ácido palústrico para ácido pimárico 0,9:1, ácido palústrico para ácido abiético 1:6, ácido palústrico para ácido desidroabiético 1:0,8, ácido desidroabiético para ácido abiético 1:8, ácido neoabiético para ácido abiético 1:7, ácido neoabiético para ácido palústrico 0,9:1, ácido pimárico para ácido abiético 1:7.

[0040] Em uma outra modalidade, a composição de resina de ácido conífera compreende ácidos de resina conífera em pelo menos as seguintes razões: ácido palústrico para ácido pimárico 1,9:1, ácido palústrico para ácido abiético 1:4,9, ácido palústrico para ácido desidroabiético 1:2,7, ácido desidroabiético para ácido abiético 1:1,8, ácido neoabiético para ácido abiético 1:1 1, ácido neoabiético para ácido palústrico 1:2,2, ácido pimárico para ácido

abiético 1:9,4.

[0041] De acordo com uma modalidade a composição de resina de ácido conífera compreende ácido pimárico, ácido sandaracopimárico, ácidos di-hidroabiéticos, ácido levopimárico, ácido palústrico, ácido isopimárico, ácido 8,12 abiético, ácido abiético, ácido desidroabiético, ácido neoabiético, ácido abiético desidrode-hidro e quantidades menores de outro ácidos de resina.

[0042] Em uma modalidade, a composição de resina de ácido conífera compreende a seguinte composição de ácido de colifónia/resina: 40 a 50% em peso de ácido abiético, 0,5 a 1% em peso de ácido 8,12 abiético, 6 a 7% em peso de ácido pimárico, 1 a 2% em peso de ácido sandaracopimárico, 1 a 1,5% em peso de ácidos di-hidroabiéticos (grupo), 0 a 0,5% em peso de ácido levopimárico, 6,5 a 7,5% em peso de ácido palústrico, 6 a 7 % em peso de ácido neoabiético, 5 a 6% em peso de ácido desidroabiético, 0,5 a 1,5% em peso de ácido isopimárico, e quantidades menores de outros ácidos de resina. Em uma modalidade, a quantidade de ácido palústrico é pelo menos 6% em peso da composição de ácido de colifónia/resina, preferivelmente de 6 a 10% em peso, mais preferivelmente de 7 a 8 % em peso.

[0043] Em uma outra modalidade, a composição de resina de ácido conífera compreende a seguinte composição de ácido de colifónia/resina: 30 a 40% em peso de ácido abiético, 1 a 2% em peso de ácido 8,12 abiético, 2 a 5% em peso de ácido pimárico, 2 a 3% em peso de ácido sandaracopimárico, 1,2 a 1,5% em peso de ácidos di-hidroabiéticos (grupo), 0 a 0,1% em peso de ácido

levopimárico, 6,7 a 7,5 % em peso de ácido palústrico, 3 a 4 % em peso de ácido neoabiético, 18 a 20,5% em peso de ácido desidroabiético, 2 a 4 % em peso de ácido isopimárico, e quantidades menores de outros ácidos de resina. Em uma modalidade, a composição de resina de ácido conífera compreende 5 a 7% em peso de ácidos de colifónia desconhecidos. Em uma modalidade, a quantidade de ácido palústrico é pelo menos 6,5% em peso da composição de ácido de resina/colifónia, preferivelmente de 7 a 10% em peso, mais preferivelmente de 7 a 9% em peso.

[0044] Em uma modalidade, a composição de resina de ácido conífera compreende de 2 a 5%, preferivelmente de 3 a 4% de matéria insaponificável.

[0045] O valor de ácido da composição de resina de ácido conífera é tipicamente de 160 a 180 mg de KOH/g, tipicamente cerca de 170 mg de KOH/g.

[0046] O ponto de fusão da composição de resina de ácido conífera é tipicamente de 62°C a 95°C. O ponto de fogo/fulgor da composição de resina de ácido conífera é tipicamente de 180°C a 225°C. A quantidade dos ácidos de resina conífera na composição de resina de ácido conífera é tipicamente de 70 a 90% em peso, preferivelmente de 70 a 80% em peso. A composição de resina de ácido conífera compreende tipicamente > 90% em peso, preferivelmente > 95% em peso de ácidos de resina/colifónia livres.

[0047] A composição de resina de ácido conífera é tipicamente adicionada na solução aquosa em uma quantidade de 0,4 a 4% em peso, preferivelmente em uma quantidade de 0,5 a 3% em peso, particularmente preferivelmente em uma quantidade de 1 a 2% em peso.

[0048] De acordo com uma modalidade da divulgação, o emulsionante é selecionado a partir de emulsionantes catiônicos, aniônicos e não-iônicos e/ou suas misturas.

[0049] Em uma modalidade, o emulsionante é selecionado a partir de grupos amina alifáticos, em que o grau de etoxilação está variando de 2 a 15 mol. Em uma modalidade, o emulsionante é etoxilato de amina.

[0050] Em uma outra modalidade, o emulsionante é selecionado a partir de olefinas alfa que tem uma baixa adesividade residual e propriedades umectantes notáveis, preferivelmente de olefinas alfa C10-C18, particularmente preferivelmente de olefinas alfa C12-C16. Ainda, em uma modalidade, o emulsionante é sal de sódio sulfonato de olefina alfa C14/C16.

[0051] Em uma modalidade, um concentrado de água solúvel da composição de resina de ácido conífera é preparado misturando-se a dita composição de resina de ácido conífera em um solvente adequado com um emulsionante e agente umectante e ainda diluindo o dito concentrado de água solúvel em soluções aquosas em razões de até 1:200.

[0052] Na primeira modalidade, a quantidade de emulsionante é de 30 a 70% em peso, preferivelmente de 40 a 60 % em peso, mais preferivelmente de 50 a 55% em peso do concentrado de água solúvel.

[0053] Na segunda modalidade, a quantidade de emulsionante é de 0,5 a 5% em peso, preferivelmente de 1 a 3 % em peso, mais preferivelmente de 1 a 2% em peso do concentrado de água solúvel.

[0054] Em uma modalidade, o concentrado de água

solúvel da composição de resina de ácido conífera compreende ácidos de resina conífera em uma quantidade de cerca de 4000 ppm a cerca de 40000 ppm, preferivelmente cerca de 5000 ppm a cerca de 30000 ppm, particularmente de preferência em uma quantidade de 10000 ppm a 20000 ppm. Ainda em uma modalidade, o concentrado de água solúvel é diluído em soluções aquosas em razões de 1:300, preferivelmente em razões de 1:200, mais preferivelmente em razões de 1:100.

[0055] Em uma modalidade, o concentrado de água solúvel é uma composição antimicrobiana aquosa para o uso como um concentrado de água solúvel no tratamento de materiais fibrosos. Em uma modalidade, a dita composição antimicrobiana compreende ácidos de resina conífera, solvente, emulsionante e água.

[0056] A composição antimicrobiana aquosa para o uso como um concentrado de água solúvel no tratamento de material fibroso não compreende álcoois polivalentes, álcoois alicíclicos poli-hídricos ou álcoois alifáticos poli-hídricos.

[0057] Em uma outra modalidade, a composição antimicrobiana aquosa compreende ainda pH regulador e agente umectante.

[0058] Ainda, em uma modalidade a composição antimicrobiana aquosa compreende agente umectante selecionado a partir de óxidos de amina, particularmente de preferência de óxidos de alquil dimetil amina C10-C16.

[0059] Em uma modalidade a composição antimicrobiana aquosa compreende um emulsionante selecionado a partir de aminas alifáticas etoxiladas, em que o grau de etoxilação está variando de 2 a 15 mol, preferivelmente o

emulsionante é etoxilato de amina com base de coco, base oleica, base de soja ou base de sebo.

[0060] Em uma modalidade, a composição antimicrobiana aquosa compreende um agente umectante selecionado a partir de óxidos de amina, particularmente de preferência de óxidos de alquil dimetil amina C10-C16, e emulsionante selecionado a partir de aminas alifáticas etoxiladas, em que o grau de etoxilação está variando de 2 a 15 mol, preferivelmente o emulsionante é etoxilato de amina com base de coco, base oleica, base de soja ou base de sebo, e o solvente é isopropanol.

[0061] Em uma modalidade, uma composição antimicrobiana aquosa compreende pH regulador selecionado a partir de etanolamina, dietanolamina e trietanolamina e/ou suas misturas.

[0062] Ainda, em uma modalidade, a composição antimicrobiana compreende isopropanol como solvente.

[0063] Em uma outra modalidade, a composição antimicrobiana compreende solvente selecionado a partir de éteres de glicol da série E tal como etileno glicol éter monometílico (2-metoxietanol), éter monoetílico de etileno glicol (2-etoxietanol), éter monopropílico de etileno glicol (2-propoxietanol), éter monoisopropílico de etileno glicol (2-isopropoxietanol), éter monobutílico de etileno glicol (2-butoxietanol), éter monofenílico de etileno glicol (2-fenoxietanol), éter monobenzílico de etileno glicol (2-benziloxietanol), éter monometílico de dietileno glicol (2-(2-metoxietóxi)etanol, (metil carbitol), éter monoetílico de dietileno glicol (2-(2-etoxietóxi)etanol, carbitol celosolve), éter mono-n-butílico dietileno glicol (2-(2-

butoxietóxi)etanol, butil carbitol), e éteres de glicol de série P tais como éter metílico dipropileno glicol, acetato de éter metílico dipropileno glicol, éter n-butílico dipropileno glicol, éter n-propílico dipropileno glicol, diacetato de propileno glicol, éter metílico de propileno glicol, acetato de éter metílico de propileno glicol, éter n-butílico de propileno glicol, éter n-propílico de propileno glicol, éter fenílico de propileno glicol, éter metílico de tri-propileno glicol, éter n-butílico de tri-propileno glicol ou éter dimetílico de tri-propileno glicol e/ou suas misturas, e emulsionante selecionado a partir de olefinas alfa tendo uma baixa adesividade residual e propriedades umectantes notáveis, preferivelmente de olefinas alfa C10-C18, particularmente de preferência de olefinas alfa C12-C16.

[0064] O agente umectante é tipicamente selecionado a partir de óxidos de amina, particularmente de preferência de óxidos de alquil dimetil amina C10-C16. Em uma modalidade o agente umectante é selecionado a partir de óxidos de alquil dimetil amina de comprimentos de cadeia variantes, preferivelmente de aminas N,N-dimetil-1-Dodecanamina N-óxido (óxido de amina C12), N,N-dimetil-tetradecano amina N-óxido (óxido de amina C14), N-óxidos de alquildimetil Aminas C10-16 (óxidos de amina C10-C16), N-óxidos de alquildimetila C12-C16, óxido de coco dimetil amina, óxido de lauril dimetil amina, óxido de sebo de amina. Em uma modalidade, o agente umectante é selecionado a partir de óxido de alquil amida C10-C16 de cadeia longa, porque comprimento de cadeia longa estabiliza e diminui as propriedades de formação de espuma inerentes dos óxidos de

amina.

[0065] Na segunda modalidade, a quantidade do agente umectante é de 5 a 20 % em peso, preferivelmente de 6 a 15 % em peso, mais preferivelmente de 9 a 12 % em peso do concentrado de água solúvel.

[0066] Em uma modalidade a solução aquosa obtido na etapa I) é transferida em têxteis/fibras por impregnação em um solvente adequado selecionado a partir de éteres de glicol de série P tais como éter metílico dipropileno glicol, acetato de éter metílico dipropileno glicol, éter n-butílico dipropileno glicol, éter n-propílico dipropileno glicol, diacetato de propileno glicol, éter metílico de propileno glicol, acetato de éter metílico de propileno glicol, éter n-butílico de propileno glicol, éter n-propílico de propileno glicol, éter fenílico de propileno glicol, éter metílico de tri-propileno glicol, éter n-butílico de tri-propileno glicol ou éter dimetílico de tri-propileno glicol e/ou suas misturas.

[0067] De acordo com uma modalidade na etapa I) a composição de resina de ácido conífera é primeiro dissolvida em solvente selecionado a partir de éteres de glicol da série E tais como éter monometílico de etileno glicol (2-metoxietanol), éter monoetílico de etileno glicol (2-etoxietanol), éter monopropílico de etileno glicol (2-propoxietanol, éter monoisopropílico de etileno glicol (2-isopropoxietanol), éter monobutílico de etileno glicol (2-butoxietanol), éter monofenílico de etileno glicol (2-fenoxietanol), éter monobenzílico de etileno glicol (2-benziloxietanol), éter monometílico de dietileno glicol (2-(2-metoxietóxi)etanol, (metil carbitol), éter monoetílico de

dietileno glicol (2-(2-etoxietóxi)etanol, carbitol celosolve), éter mono-n-butílico dietileno glicol (2-(2-butoxietóxi)etanol, butil carbitol), e éteres de glicol de série P tais como éter metílico dipropileno glicol, acetato de éter metílico dipropileno glicol, éter n-butílico dipropileno glicol, éter n-propílico dipropileno glicol, diacetato de propileno glicol, éter metílico de propileno glicol, acetato de éter metílico de propileno glicol, éter n-butílico de propileno glicol, éter n-propílico de propileno glicol, éter fenílico de propileno glicol, éter metílico de tri-propileno glicol, éter n-butílico de tri-propileno glicol ou éter dimetílico de tri-propileno glicol e/ou suas misturas.

[0068] Na primeira modalidade, na etapa I) o solvente é selecionado a partir de éteres de glicol de série P e série E e/ou suas misturas, e a quantidade do solvente é preferivelmente de 10% em peso a 30% em peso, mais preferivelmente de 15% em peso a 20% em peso, ainda mais preferivelmente de 17 a 19% em peso do concentrado de água solúvel.

[0069] De acordo com uma modalidade na etapa I) a composição de resina de ácido conífera é primeiro dissolvida em isopropanol. Em uma modalidade, a quantidade de isopropanol é preferivelmente de 8 a 15% em peso, mais preferivelmente de 10 a 13 % em peso do concentrado de água solúvel.

[0070] Na segunda modalidade, na etapa I) do processo a composição de resina de ácido conífera não pode ser primeiro dissolvida em etanol, porque com etanol a solução resultante é turva e instável.

[0071] Em uma modalidade, na etapa I) a composição de resina de ácido conífera é emulsificada em solução aquosa com emulsionante e o agente umectante, e o pH regulador é selecionado a partir de compostos adequados para o uso depois de tratamento de produtos fibrosos. Preferivelmente, o pH regulador é selecionado a partir de etanolamina, dietanolamina e trietanolamina. Preferivelmente, a quantidade de pH regulador é de 0,3 a 1% em peso, mais preferivelmente de 0,4 a 0,6% em peso do concentrado de água solúvel.

[0072] Na primeira modalidade, a quantidade de adicionada água é preferivelmente de 15 % em peso a 40% em peso, mais preferivelmente de 20 a 35 % em peso, ainda mais preferivelmente de 25 a 30 % em peso do concentrado de água solúvel.

[0073] Na segunda modalidade, a quantidade de adicionada água é preferivelmente de 60% em peso a 90% em peso, mais preferivelmente de 70 a 80% em peso do concentrado de água solúvel.

[0074] Na etapa II) do processo de transferência de emulsão obtido a partir da etapa I) em material fibroso por impregnação é realizado em um solvente adequado durante um tempo suficiente para permitir a adesão do agente antimicrobiano em material fibroso, preferivelmente durante 1 a 180 segundos, mais preferivelmente durante 1 a 20 segundos, particularmente de preferência durante 2 a 3 segundos. Em uma modalidade, na etapa II) a impregnação é realizada em um solvente adequado durante um tempo suficiente para permitir a adesão do agente antimicrobiano em material fibroso, preferivelmente menos do

que 180 segundos, mais preferivelmente durante 10 a 120 segundos, o mais preferivelmente durante 2 a 3 segundos.

[0075] Na primeira modalidade, na etapa III) do processo, o pós-tratamento é realizado evaporando-se o solvente secando-se o material fibroso a temperatura ambiente ou preferivelmente a 20 a 180°C durante 1 a 120 minutos, mais preferivelmente a 20 a 80°C durante 10 a 120 minutos ou até secar, e lavar o material fibroso com água para remover o emulsificante. Ainda, em uma outra modalidade, na etapa III) do processo, o pós-tratamento é realizado evaporando-se o solvente de impregnação aquecendo-se o material fibroso a 37°C durante 120 minutos ou até secar.

[0076] De acordo com uma modalidade, o emulsificante é removido lavando-se o material fibroso tipicamente com água.

[0077] Em uma modalidade, o emulsificante é removido lavando-se o material fibroso com detergente. Em uma outra modalidade, o emulsificante é removido lavando-se o material fibroso com água e/ou uma solução detergente aquosa.

[0078] Em uma modalidade, na etapa II) do processo impregnação significa aplicação de composição de resina de ácido conífera durante o estágio de acabamento do produto fibroso, ou através da incorporação dessas substâncias em fibras durante o processo de fiação. Em uma modalidade, na etapa II) do processo, o material fibroso significa material fibroso, tal como matéria-prima de material fibroso, que pode ser ainda mais processado em produtos fibrosos. Em uma outra modalidade, na etapa II) do processo, impregnação significa aplicação de composição de

ácido de conifônia/resina conífera antes do estágio de acabamento do produto fibroso.

[0079] Nas diferentes modalidades, o tratamento do material fibroso por composição de ácido de resina aquosa é realizado por impregnação, impregnação, imersão, pulverização, revestimento, imersão e/ou durante a formação de manta produzida pelo ar ou úmida. Por impregnação, um líquido molecular bioativo é formado no material fibroso e dentro de seus poros, o líquido molecular que cobre toda a fibra.

[0080] A divulgação também refere-se ao material fibroso com propriedades antimicrobianas em que o material fibroso com propriedades antimicrobianas é obtível pelo processo previamente descrito. De acordo com uma modalidade, o material fibroso com propriedades antimicrobianas é obtido pelo processo divulgado.

[0081] O material fibroso com propriedades antimicrobianas obtível pelo processo previamente descrito, compreende as propriedades antimicrobianas contra bactérias, fungos e viroses, particularmente contra *Staphylococcus aureus* e *Aspergillus brasiliensis*.

[0082] Além disso, o material fibroso com propriedades antimicrobianas possui propriedades antimicrobianas de longa duração, e o material fibroso com propriedades antimicrobianas mantém suas propriedades antimicrobianas por pelo menos 10 lavagens em limpeza úmida.

[0083] Em uma modalidade, o material fibroso com propriedades antimicrobianas é saturado com agente antimicrobiano com taxa de 0,15 a 0,5g/m², preferivelmente 0,3 a 0,37g/m².

[0084] O material fibroso com propriedades antimicrobianas compreende pelo menos 100 a 200ppm (0,01% a 0,02%) de composição de resina de ácido conífera.

[0085] O produto antimicrobiano fibroso é livre de compostos que são prejudiciais para o meio ambiente e/ou animais. Assim, o material fibroso com propriedades antimicrobianas não causa alergias ou irritação à pele.

[0086] Em uma modalidade, o material fibroso com propriedades antimicrobianas compreende composição aquosa de ácidos de resina conífera que formam um líquido molecular no material fibroso que cobre as fibras.

[0087] Além disso, o material fibroso com propriedades antimicrobianas pode ser armazenado e empacotado em locais onde a umidade e temperaturas são favoráveis para crescimento microbiano.

[0088] O material fibroso com propriedades antimicrobianas tem uma excelente vestibilidade e o processo para produzir o material fibroso não afeta as características de qualidade do material fibroso. Pelo contrário, o material fibroso com propriedades antimicrobianas é fácil de passar a ferro.

[0089] O material fibroso com propriedades antimicrobianas é adequado para o uso, por exemplo, em salas limpas e salas de cirurgia/salas de operação, porque tem valores de liberação de partícula significativamente menores em comparação com os materiais fibrosos não tratados correspondentes como determinado por teste de Formação de Fiapo Rápido (QLT) de acordo com o padrão SFS-EN ISO 9073-10.

[0090] Em uma modalidade, o material fibroso

com propriedades antimicrobianas compreendendo ácidos de resina conífera tem liberação de partícula de menos do que 300000 pes, como determinado com a medição QLT (Teste de Formação de Fiapo Rápido) de acordo com o padrão SFS-EN ISO 9073-10.

[0091] A liberação de partícula do material fibroso com propriedades antimicrobianas depende da composição da matéria-prima. Por exemplo, se a matéria-prima fibrosa tem liberação de partícula substancial, tal material fibroso tratado de acordo com a invenção tem mesmo redução de liberação de partícula mais significativa como em comparação com as matérias-primas fibrosas que têm apenas liberações de partícula iniciais moderadas. Por exemplo, a liberação de partícula de microfibras que compreende principalmente poliéster (PES) é substancialmente maior do que a liberação de partícula de flexão que compreende uma mistura de poliéster, algodão e elastano. Ao tratar tais materiais fibrosos com a composição antimicrobiana aquosa de acordo com a invenção, a liberação de partícula dos materiais fibrosos é substancialmente reduzida. Em uma modalidade o material fibroso é microfibras que consiste de cerca de 90 % de PES e cerca de 10 % de Elastano, e a liberação de partícula do material fibroso é reduzida em uma quantidade de 40 a 100 %, preferivelmente em uma quantidade de 50 a 90 %, particularmente de preferência em uma quantidade de pelo menos 60 a 85% com o material fibroso de acordo com a invenção como em comparação com o material fibroso não tratado como determinado de acordo com o padrão SFS-EN ISO 9073-10.

[0092] Em uma modalidade, o material fibroso é flexão que consiste em cerca de 62% de PES e cerca de 35 %

de CO e cerca de 10% de Elastano, e a liberação de partícula do material fibroso é reduzida em uma quantidade de 5 a 30%, preferivelmente em uma quantidade de 7 a 20%, particularmente de preferência em uma quantidade de 10 a 15 % de CO como em comparação com o material fibroso não tratado como determinado de acordo com o padrão SFS-EN ISO 9073-10.

[0093] Ainda, em uma outra modalidade, o material fibroso é jersey de microfibra que consiste em cerca de 90% de PES e cerca de 10% de Elastano, e a liberação de partícula do material fibroso é reduzida em uma quantidade de 50 a 100%, preferivelmente em uma quantidade de 60 a 95%, particularmente de preferência em uma quantidade de 80 a 90%.

[0094] Assim, o valor de liberação de partícula do material fibroso com propriedades antimicrobianas para a maioria de material fibroso na faixa de 5 a 100% menor, preferivelmente 10 a 90% menor, mais preferivelmente 15 a 85 % menor do que para o material fibroso não tratado.

[0095] O valor de liberação de partícula do material fibroso com propriedades antimicrobianas está na faixa de 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74, 75, 76, 77, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 98, 99 e 100% reduzido como em comparação com o material fibroso original não tratado.

[0096] O valor de liberação de partícula do material fibroso com propriedades antimicrobianas é reduzido

como em comparação ao controle por um valor que está na faixa de 1 a 100%, 5 a 100%, 5 a 90%, 5 a 85%, 5 a 80%, 5 a 75%, 5 a 70%, 5 a 65%, 5 a 60%, 5 a 55%, 5 a 50%, 5 a 45%, 5 a 40%, 5 a 35%, 5 a 30%, 5 a 25%, 5 a 20%, 5 a 15%, 1 a 10%, 5 a 10%, 10 a 15%, 10 a 20%, 10 a 25%, 10 a 30%, 10 a 35%, 10 a 40%, 10 a 45%, 10 a 50%, 10 a 55%, 10 a 60%, 10 a 65%, 10 a 70%, 10 a 75%, 10 a 80%, 10 a 85%, 10 a 90%, 10 a 100%, 15 a 20%, 15 a 25%, 15 a 30%, 15 a 35%, 15 a 40%, 15 a 45%, 15 a 50%, 15 a 55%, 15 a 60%, 15 a 65%, 15 a 70%, 15 a 75%, 15 a 80%, 15 a 85%, 15 a 90%, 15 a 95%, 15 a 100%, 20 a 25%, 20 a 30%, 20 a 35%, 20 a 40%, 20 a 45%, 20 a 50%, 20 a 55%, 20 a 60%, 20 a 65%, 20 a 70%, 20 a 75%, 20 a 80%, 20 a 85%, 20 a 90%, 20 a 95%, 20 a 100%, 25 a 30%, 25 a 35%, 25 a 40%, 25 a 45%, 25 a 50%, 25 a 55%, 25 a 60%, 25 a 65%, 25 a 70%, 25 a 75%, 25 a 80%, 25 a 85%, 25 a 90%, 25 a 95%, 25 a 100%, 30 a 35%, 30 a 40%, 30 a 45%, 30 a 50%, 30 a 55%, 30 a 60%, 30 a 65%, 30 a 70%, 30 a 75%, 30 a 80%, 30 a 85%, 30 a 90%, 30 a 95%, 30 a 100%, 35 a 40%, 35 a 45%, 35 a 50%, 35 a 55%, 35 a 60%, 35 a 65%, 35 a 70%, 35 a 75%, 35 a 80%, 35 a 85%, 35 a 90%, 35 a 95%, 35 a 100%, 40 a 45%, 40 a 50%, 40 a 55%, 40 a 60%, 40 a 65%, 40 a 70%, 40 a 75%, 40 a 80%, 40 a 85%, 40 a 90%, 40 a 95%, 40 a 100%, 45 a 50%, 45 a 60%, 45 a 65%, 45 a 70%, 45 a 75%, 45 a 80%, 45 a 85%, 45 a 90%, 45 a 95%, 45 a 100%, 50 a 55%, 50 a 60%, 50 a 65%, 50 a 70%, 50 a 75%, 50 a 80%, 50 a 85%, 50 a 90%, 50 a 95%, 50 a 100%, 55 a 60%, 55 a 65%, 55 a 70%, 55 a 75%, 55 a 80%, 55 a 85%, 55 a 90%, 55 a 95%, 55 a 100%, 60 a 65%, 60 a 70%, 60 a 75%, 60 a 80%, 60 a 85%, 60 a 90%, 60 a 95%, 60 a 100%, 65 a 70%, 65 a 75%, 65 a 80%, 65 a 85%, 65 a 85%, 65 a 90%, 65 a 95%, 65 a 100%, 70 a 75%, 70 a 80%, 70 a 85%, 70 a 90%, 70 a 95%, 70 a 100%,

75 a 80%, 75 a 85%, 75 a 90%, 75 a 95%, 75 a 100%, 80 a 85%, 80 a 90%, 80 a 95%, 80 a 100%, 85 a 90%, 85 a 95%, 85 a 100%, 90 a 95%, 90 a 100% e/ou 95 a 100%.

[0097] Uma descoberta muito surpreendente é que o material fibroso tratado com uma resina de composição de ácido alcoólico tem valor de liberação de partícula significativamente superior como em comparação com o material fibroso não tratado. A resina de composição de ácido alcoólico aumenta o valor de liberação de partícula de material fibroso mais do que 50 %. Enquanto os materiais fibrosos tratados com uma composição de ácido de resina aquosa de acordo com a invenção têm valores de liberação de partícula significativamente menores como em comparação com o material fibroso não tratado.

[0098] Em uma modalidade, o material fibroso com propriedades antimicrobianas que compreende a composição aquosa de ácidos de resina conífera tem um líquido molecular formado pelos ácidos de resina conífera. Assim, um material fibroso tratado com uma composição aquosa de ácidos de resina conífera é caracterizado pelo fato de que os ácidos de resina conífera formam um líquido molecular no material fibroso que cobre as fibras. O líquido molecular é bioativo em que tem propriedades antimicrobianas, e/ou pode agir como barreira física.

[0099] Ainda, em uma modalidade, o material fibroso com propriedades antimicrobianas compreende um líquido molecular de ácidos de resina conífera formado na superfície tratada e/ou dentro de seus poros. O líquido molecular pode agir como um líquido molecular bioativo e como uma barreira física. O líquido molecular bioativo

fornece propriedades antimicrobianas imobilizando-se micróbios e evitando sua disseminação para as áreas circundantes.

[00100] Em uma modalidade, a liberação de partícula do material fibroso com propriedades antimicrobianas é reduzida cerca de 5 a 100 %, preferível cerca de 10 a 100 %, mais preferivelmente cerca de 15 a 85 % em comparação com o material fibroso não tratado como determinado com a medição QLT (Teste de Formação de Fiapo Rápido) de acordo com o padrão SFS-EN ISO 9073-10.

[00101] Além disso, o material fibroso com propriedades antimicrobianas de acordo com a invenção tem superfície substancialmente lisa e uma distribuição uniforme de ácidos de resina conífera como apresentadas nas Figuras 3 e 4 que mostram micrografias de elétron obtidas por microscopia de elétron de material fibroso produzido de acordo com essa divulgação. Além disso, nas Figuras 3 e 4, observa-se um líquido molecular de ácidos de resina conífera no material fibroso que cobre as fibras.

[00102] Pode ser observado a partir das Figuras 1 e 2 que o material fibroso tratado com uma composição de ácido de resina alcoólica mostra pequenas gotículas que são resultantes a partir da distribuição desigual de composição de resina de ácido conífera. As Figuras 5 e 6 mostram as micrografias de elétron tiradas a partir das superfícies de um material fibroso não tratado.

[00103] Entretanto, não é possível obter a mesma superfície lisa e uma distribuição uniforme de ácidos de resina conífera como apresentadas nas Figuras 3 e 4 com qualquer composição de ácido de resina aquosa. As Figuras 7

e 8 são micrografias de elétron que mostram o mesmo material fibroso original como nas Figuras 1 a 6, mas em vez disso foi impregnado na dispersão de ácido de resina conífera aquosa (pulverização da ferida de Repolar Pharmaceuticals) com o nome comercial AniDes® que compreende água, glicerina, propanediol, triglicerídeo caprílico/cáprico, extrato de resina de Abeta Noruega (*Picea abies*), laureato sorbitano, laureato poliglicerol, citrato de dilarurila, goma xantana, sorbato de potássio, benzoato de denatômio e hidróxido de sódio. Após a impregnação, o dito material fibroso foi adequadamente seco embora a secagem tenha demorado muito devido às propriedades higroscópicas de glicerina.

[00104] O material fibroso com propriedades antimicrobianas tem forte atividade antibacteriana e fungistática. Em uma modalidade, o material fibroso com propriedades antimicrobianas tem valor de atividade antimicrobiana de $\geq$ Ig 2, preferivelmente $\geq$ Ig 3, mais preferivelmente $\geq$ Ig 5 para *Staphylococcus aureus* ATCC6538 como determinado pelo método padrão EN20743:2013.

[00105] Em uma modalidade, o material fibroso com propriedades antimicrobianas tem forte valor de atividade fungistática de $\geq$ Ig 2, preferivelmente $\geq$ Ig 3, mais preferivelmente $\geq$ Ig 5 em concentrações ácidas de resina 100 ppm, 200 ppm ou 400 ppm para *Aspergillus brasiliensis* (antigo *Aspergillus niger*) ATCC 16404 como determinado pelo método padrão EVS-EN ISO 20743:2013.

[00106] Em uma modalidade, o material fibroso com propriedades antimicrobianas tem propriedades antibacterianas e antifúngicas, em que o valor de atividade antimicrobiana é $\geq$ Ig 2 como determinado pelo método padrão

EVS-EN ISO 20743:2013.

[00107] Ainda, em uma modalidade, o material fibroso com propriedades antimicrobianas tem atividade antimicrobiana para *Staphylococcus aureus* ATCC6538 e *Aspergillus brasiliensis* ATCC16404 como determinado pelo método padrão EVS-EN ISO 20743:2013.

[00108] Além disso, em uma modalidade, o material fibroso com propriedades antimicrobianas tem valor de atividade antimicrobiana de pelo menos $\geq$ Ig 3 como determinado pelo método padrão EVS-EN ISO 20743:2013.

[00109] Além disso, a divulgação refere-se a um material fibroso com propriedades antimicrobianas obteníveis pelo processo previamente descrito e adequado para o uso em tecidos tais como têxteis, roupas tais como peles, telas, tecidos, teias, acessórios, materiais de empacotamento, papéis de parede, produtos de construção, produtos relacionados a alimentos, produtos domésticos, calçados, e produtos médicos. Assim, o material fibroso com propriedades antimicrobianas é adequado para o uso pelo menos em tecidos, peles, couros, roupas, telas, tecidos, plásticos, teias, acessórios, materiais de empacotamento, papéis de parede, produtos relacionados a alimentos, produtos domésticos, calçado, materiais de construção, materiais isolantes e produtos médicos.

[00110] O material fibroso antimicrobiano obtenível pelo processo é adequado para o uso em muitas diferentes aplicações. Exemplos de tais aplicações incluem muitos tipos de produtos fibrosos tais como têxteis, papéis, roupas, fios, tecidos (tecido e não-tecido bem como malha), tecidos, cabelos e peles, teias, acessórios, materiais de

empacotamento, papéis de parede, móveis, têxteis hospitalares, roupas para proteção de locais cirúrgicos, luvas de proteção, toucas para cabelos, aventais, curativos de ferida, bandagens para feridas operatórias e abertura de pele feito durante as operações, revestimentos para partes artificiais a serem colocadas no corpo e feitos de material fibroso, bandagens de proteção, produtos médicos tais como bandagens, suturas, gazes, fios cirúrgicos e fios dentais, invólucros artificiais para embutidos e outras aplicações relacionadas a alimentos, materiais de construção, materiais isolantes, palmilhas para calçados e seus revestimentos.

[00111] Os seguintes exemplos são dados para ilustração adicional da invenção sem limitar a invenção a esta.

EXEMPLOS

[00112] Exemplo 1 apresenta a composição da composição de ácido de resina conífera, e a fabricação de material fibroso com propriedades antimicrobianas, bem como os resultados de ecotoxicologia do concentrado de água solúvel de ácidos de resina conífera. O Exemplo 1.1 apresenta a preparação do concentrado de água solúvel para saturação de tecidos e fabricação de material fibroso com propriedades antimicrobianas. O Exemplo 1.2 apresenta a preparação do concentrado de água solúvel para saturação de tecidos e fabricação de material fibroso com propriedades antimicrobianas de acordo com a segunda modalidade. O Exemplo 1.3 apresenta resultados a partir dos estudos ecotoxicológicos do concentrado de água solúvel de ácidos de resina conífera. O Exemplo 2 apresenta as propriedades de resistência à lavagem do material fibroso com propriedades

antimicrobianas e a atividade antimicrobiana do material fibroso como determinado antes e depois das lavagens. Também, propriedades físicas do material fibroso com propriedades antimicrobianas são apresentadas como em comparação com o material fibroso original não tratado. O Exemplo 2.1 apresenta o efeito de lavagens repetidas às propriedades antimicrobianas do material fibroso com propriedades antimicrobianas obtidas a partir do Exemplo 1.1, e no Exemplo 2.2 é mostrado o efeito de lavagens repetidas nas propriedades antimicrobianas do material fibroso obtido a partir do Exemplo 1.2, e ainda no Exemplo 2.3 é mostrado as propriedades físicas de materiais fibrosos tratados como em comparação com as propriedades físicas de materiais fibrosos não tratados. O Exemplo 3 é um exemplo comparativo; em que material fibroso foi imerso em um solução com base em álcool (Exemplo 3.1) e solução com base em água (Exemplo 3.2) que compreende a composição de ácido de resina conífera e a atividade antibacteriana foi determinada depois de lavagens. O Exemplo 4 apresenta material fibroso com propriedades antimicrobianas, em que o dito material fibroso consiste de PVDF e é intencionado para o uso como matéria-prima fibrosa na fabricação de fios cirúrgicos, materiais de sutura e/ou malhas cirúrgicas. O Exemplo 5 apresenta o material fibroso com propriedades antimicrobianas, em que o dito material fibroso consistia em polipropileno (PP) e foi intencionado para o uso na fabricação de máscaras e/ou roupas cirúrgicas de não tecido. O Exemplo 6 apresenta a liberação de partícula de material fibroso com propriedades antimicrobianas como em comparação com o material fibroso original não tratado. O Exemplo 7 apresenta um exemplo comparativo, em que a

liberação de partículas de três materiais fibrosos diferentemente tratados foram comparadas.

Exemplo 1

[00113] A composição de ácido de colifónia de composição de ácido de resina conífera obtida destilando-se tall oil bruto derivado a partir do Processo kraft de produção de celulose de madeira foi analisada por cromatografia gasosa de acordo com método padrão ASTM D5974. Como mostrado na Tabela 1 a composição de ácido de colifónia da composição de ácido de resina conífera consiste principalmente em ácido abiético, mas também existem quantidades significantes de ácido pimárico, ácido palústrico, ácido desidroabiético e ácido neoabiético. Por exemplo, as seguintes razões podem ser calculadas a partir dos valores da Tabela 1: a razão de ácido pimárico para ácido palústrico é 1:1,1, ácido palústrico para ácido abiético é 1:6,4, ácido desidroabiético para ácido abiético é 1:8,4, ácido neoabiético para ácido abiético é 1:7, ácido neoabiético para ácido palústrico é 1:1,1, ácido pimárico para ácido abiético é 1:7.

Tabela 1 Composição de ácido de colifónia da composição de ácido de resina conífera

Composição de ácido de colifónia	% em peso
Secodesidroabiético 1	
Ácido 8,15-Isopimaradien-18-óico	0,2
Ácido Secodesidroabiético 2	
Ácido 8,15-pimárico	0,1
Ácido pimárico	6,3
Ácido sandaracopimárico	1,4
Ácidos di-hidroabiéticos (grupo)	1,2
Ácido levopimárico	0,2
Ácido palústrico	7,0
Ácido 7,9 (11)-abiético	0,0

Ácido isopimárico	1,0
Ácido 13-B-7,9 (11)-abiético	0,1
Ácido 8,12 abiético	0,7
Ácido abiético	44,7
Ácido desidroabiético	5,3
Ácido neoabiético	6,4
Ácido Desidrodesidroabiético	0,3
Ácido Nodesidroabiético	
Ácidos de colifónia desconhecidos	4,0
Ácidos de colifónia, total	78,7
Compostos não eluentes	20,9

[00114] Além de ácidos de colifónia mostrado na Tabela 1, a composição de ácido de resina conífera continha também cerca de 20,9 % em peso de compostos não eluentes.

[00115] A matéria insaponificável da composição de ácido de resina conífera foi analisada de acordo com método padrão ASTM D1965. A composição de ácido de resina conífera continha cerca de 3,4% de matéria insaponificável.

[00116] A composição de ácido de resina conífera foi ainda analisada quanto a sua composição de ácido graxo. A composição de ácido de resina conífera consistia apenas quantidade menor de ácidos graxos, isto é, 0,1% em peso de ácido anteiso-heptadecanóico e 0,2% em peso de ácidos graxos desconhecidos.

Exemplo 1.1

[00117] Neste Exemplo o concentrado de água solúvel de composição de ácido de resina conífera foi preparado com 38% de sal de sódio sulfonato de alfa olefina C14/C16 CAS 68439-57-6 como emulsionante e éter monobutílico de etileno glicol CAS 1 1 1-76-2 como solvente. O éter monobutílico de etileno glicol foi escolhido como solvente adequado porque tem equilíbrio igual de caráter hidrofóbico e hidrofílico, e é um dos éteres de glicol de evaporação

mais rápidos. O sal de sódio sulfonato de alfa olefina C14/C16 foi escolhido como emulsificante adequado porque tem baixa adesividade residual e propriedades umectantes notáveis.

Preparação do concentrado de água solúvel

[00118] O concentrado de água solúvel do agente ativo foi fabricado determinando primeiro a solubilidade do agente antimicrobiano em éter monobutílico de etileno glicol (CAS-1 1 1-76-2). Foi descoberto que 10% de agente antimicrobiano pode ser dissolvido em 90% de éter monobutílico de etileno glicol solvente por 30 minutos na temperatura ambiente e pressão atmosférica. Para a preparação de concentrado de água solúvel 0,1 kg de composição de ácido de resina conífera foi misturado com quantidade predeterminada (0,9kg) de solvente de éter monobutílico de etileno glicol e dissolução completa foi observada dentro de 30 minutos. A solução assim formada tinha uma cor amarela e foi homogênea, transparente e levemente turva. Em paralelo, um solução aquosa de 38 % em peso do sal de sódio sulfonato de alfa olefina C14/16 do emulsificante foi preparado misturando-se na temperatura ambiente durante 3 minutos. A solução resultante tinha uma cor amarela, foi homogênea, transparente e brilhante. Depois disso, para preparar o produto acabado, 200 ml da primeira solução que compreende o agente ativo foi misturado com 530 ml da dita solução emulsificante aquosa e 270 ml de água durante 5 minutos e deixados repousar durante 10 minutos para remover bolhas de ar. Todas as operações foram realizadas na temperatura ambiente de cerca de 20 °C e pressão atmosférica. As proporções em peso da composição de ácido de resina

conífera, solvente, solução de emulsificante e água usadas na preparação do concentrado de água solúvel são mostradas na Tabela 2.

Tabela 2 Proporções em peso dos compostos no concentrado de água solúvel

% em peso de agente ativo	% em peso de éter monobutílico de etileno glicol	% em peso de 38% de solução de sal de sódio sulfonato alfa olefina C14/16	% em peso de água
2	18	53	27

[00119] O assim fabricado concentrado de água solúvel da composição de ácido de resina conífera tinha uma aparência de líquido amarelo com odor de solvente específico, densidade de 1,02 kg/I e pH 5,5 (medido em solução de água 1:10). O teor do agente ativo no concentrado de água solúvel foi 2 %. O concentrado de água solúvel foi usado para preparar soluções de trabalho aquosas estáveis com razão de concentração de 1:200 e superior.

Fabricação de material fibroso com propriedades antimicrobianas

[00120] O material fibroso com propriedades antimicrobianas foi fabricado como a seguir:

[00121] O tecido feito de fibras naturais (100% algodão) que tem um tamanho de 63x100mm, peso - 0,4g (de acordo com os termos de EN20743:2013) foi escolhido. Uma solução de trabalho contendo 0,02% (200ppm) da composição de ácido de resina conífera foi preparada diluindo-se o concentrado de água solúvel com água em uma razão de 1:100. Foi estimado que se no processo a composição de ácido de resina conífera for lavada supostamente em 50%, a

concentração residual 0,01% (100ppm) da composição de ácido de resina conífera será suficiente para conferir propriedades bactericidas. O tecido foi mergulhado na solução de trabalho até ficar completamente molhado. Processo umectante ocorreu imediatamente devido à presença do sal de sódio sulfonato de alfa olefina C14/16 do emulsionante na solução. O tecido encharcado foi drenado e pesado para monitorar o consumo da solução de trabalho. Em seguida, o tecido foi colocado em uma superfície metálica e colocado em um termostato a 37°C durante a secagem. A secagem foi realizada durante 120 minutos até a secagem completa do tecido. Isto garantiu a remoção completa do solvente de éter monobutílico de etileno glicol da estrutura do tecido para neutralizar as ligações da substância ativa hidrofílica.

[00122] Uma vez completamente seco, o tecido foi lavado em água corrente até que nenhuma formação de espuma ocorreu. A ausência da espuma indicou remoção completa de sal de sódio sulfonato de alfa olefina C14/16 do emulsionante do tecido. Finalmente, o tecido lavado foi colocado em uma superfície metálica e colocado em um termostato a 37°C durante a secagem. A secagem foi realizada durante 120 minutos até o tecido ser completamente seco. A temperatura de secagem de 37°C foi escolhida, porque forneceu boas condições para crescimento microbiano.

[00123] Depois de secar o tecido tratado foi comparado com uma amostra de controle não tratada. As propriedades organolépticas de tecido e cor foram idênticas como em comparação com a amostra de controle. O consumo da solução de trabalho foi 1,15 g/0,00063m² de tecido = 1,825kg/1 m² de tecido. O assim fabricado material fibroso

com propriedades antimicrobianas foi saturado com composição de ácido de resina conífera com taxa de 0,3 - 0,365g/m² de tecido.

Exemplo 1.2

[00124] Este exemplo apresenta uma outra modalidade, em que o concentrado de água solúvel de composição de ácido de resina conífera foi preparado com oleamina etoxilada como emulsionante e alquilóxido de amina como agente umectante e etanolamina como pH regulador. A solução aquosa assim fabricada de composição de ácido de resina conífera emulsificada depois foi transferida em material fibroso por impregnação, e finalmente o material fibroso foi depois tratado para formar um produto acabado, isto é, o material fibroso com propriedades antimicrobianas.

Preparação do concentrado de água solúvel

[00125] Para a preparação de concentrado de água solúvel, 20g de composição de ácido de resina conífera foram misturados com 110g de álcool isopropílico e dissolução completa foi observada dentro de 60 minutos. Em seguida, 5g de pH regulador etanol amina foram adicionados, e a mistura foi agitada durante 5 minutos. 15 g de oleamina etoxilada emulsionante foram adicionados e a mistura resultante foi agitada durante 5 minutos. 100g de óxido de alquilamina de agente umectante depois foram adicionados e agitados durante 15 minutos para remover as bolhas de ar que se formaram durante a hidrólise de IPA. Todas as operações foram realizadas na temperatura ambiente de 20°C e na pressão atmosférica. Posteriormente, 750 ml de água destilada foram adicionados gradualmente e agitados durante 15 minutos. A

solução resultante tinha uma cor amarela, foi homogênea, transparente e brilhante.

[00126] As proporções em peso da composição de ácido de resina conífera, solvente, solução de emulsificante e água usadas na preparação do concentrado de água solúvel são mostradas na Tabela 3.

[00127] O concentrado de água solúvel da composição de ácido de resina conífera tinha uma aparência de líquido amarelo, odor de álcool específico, pH 8,5 (da solução de trabalho 1:100) e densidade de 0,95kg/m³.

Tabela 3 Proporções em peso dos compostos no concentrado de água solúvel

% em peso de composição de ácido de resina conífera	% em peso de álcool isopropílico de solvente	% em peso de pH regulador de etanolamina	% em peso de Oleamina etoxilada de emulsionante	% em peso de 30% de Óxido de alquilamina de agente umectante	% em peso de água
2	11	0,5	1,5	10	75

Fabricação de material fibroso com propriedades antimicrobianas

[00128] O material fibroso com propriedades antimicrobianas foi preparado escolhendo-se um tecido de material misto de fibras naturais e artificiais (62% de poliéster, 35% de algodão, 3% de elastano). O tamanho do tecido foi 45x60mm, peso 0,6g. Uma solução de trabalho contendo 0,02% (200 ppm) do agente ativo foi preparada

diluindo-se o concentrado de água solúvel com água em uma razão de 1:100. O tecido foi mergulhado na solução de trabalho até ficar completamente molhado. O processo umectante ocorreu imediatamente devido à presença de agente umectante na solução. O tecido encharcado foi drenado e pesado para monitorar o consumo da solução de trabalho. Em seguida, o tecido foi colocado em uma superfície metálica e colocado em um termostato a 37°C durante a secagem. A secagem foi realizada durante 120 minutos até o tecido ser completamente seco. Isso garantiu a remoção completa do solvente isopropanol da estrutura do tecido.

[00129] Para eliminar o possível efeito de componentes auxiliares durante os ensaios de atividade bactericida, o tecido completamente seco foi lavado em água corrente até que nenhuma formação de espuma ocorreu. A ausência da espuma indicou a remoção completa de tensoativos do tecido. Em seguida, o tecido lavado foi colocado em uma superfície metálica e colocado em um termostato a 37°C durante a secagem. A secagem foi realizada durante 120 minutos até o tecido estar completamente seco. Depois de secar, o tecido tratado foi comparado com uma amostra de controle não tratada. As propriedades organolépticas e a cor do tecido foram idênticas como em comparação com a amostra de controle. O consumo da solução de trabalho foi 0,2g/0,00027m² de tecido, que corresponde a 0,74kg/m² de tecido. Assim, o material fibroso obtido com propriedades antimicrobianas foi saturado com composição de ácido de resina conífera com taxa de 0,1 - 0,15g/m², e o teor total de componentes auxiliares na estrutura do tecido foi 0,25 - 0,375g/m².

[00130] O material fibroso resultante com propriedades antimicrobianas foi suave, e as micrografias de elétron mostraram uma distribuição uniforme dos ácidos de resina conífera. Os ácidos de resina conífera formaram um líquido molecular que cobre as fibras no material fibroso.

Exemplo 1.3

[00131] Este exemplo apresenta resultados a partir dos estudos ecotoxicológicos do concentrado de água solúvel (como apresentadas no Exemplo 1.2). A preparação do dito concentrado de água solúvel usado nestes estudos é mostrada no Exemplo 1.2.

Toxicidade aquática aguda e efeitos adversos a longo prazo

[00132] O teste de ecotoxicologia foi realizado em um laboratório credenciado de acordo com Tabela 4, e resultados de teste e micróbios testados são apresentados na Tabela 5.

Toxicologia aguda e efeitos adversos a longo prazo

Tabela 4 Ecotoxicologia de concentrado antimicrobiano

	Classificação de produto		
Classificação de Substância	N, R51-53/H411-H413	N, R51-53/H411H413	N, R52-53/H412-H413
N, R50-53/H411-H413	Concentração $\geq$ 25%	2,5 % $\leq$ Concentração < 25%	0,25 % $\leq$ Concentração < 2,9%
N, R51-53/H411-H413	-	Concentração $\geq$ 25%	2,5% $\leq$ Concentração < 25%
R52-53/H412-H413	-		Concentração $\geq$ 25%

H410: Muito tóxico para organismos aquáticos com

efeitos prejudiciais a longo prazo

H411: Tóxico para vida aquática com efeitos prejudiciais duradouros

H412: Prejudicial para organismos aquáticos com efeitos prejudiciais duradouros

H413: Podem causar efeitos adversos a longo prazo em organismos aquáticos

Estimativa de toxicidade

A toxicidade foi estimada de acordo com a seguinte classificação:

LC50/EC50 (mg/l)	Categoria
< 1	Muito tóxico
1 a 10	Moderadamente tóxico
10 a 100	Levemente tóxico

Tabela 5 Resultados de teste de estudos ecotoxicológicos de um concentrado antimicrobiano aquoso

Método de teste	Micróbio	Concentração de concentrado antimicrobiano aquoso	Quantidade de concentrado aquoso mg/l
		100%	
24 h/SFS-EN ISO 6341:2012, OECD 202:1984	<i>Daphnia magna</i>		3500
SFS-EN11348-3:1999	Bactérias Luminescentes		690
SFS-EN ISO 8692-2012	Greenalgae <i>Pseudokirchnerilla subcapitata</i>		600
		10 a 30% de solução de trabalho	
24 h/SFS-EN ISO 6341:2012, OECD 202:1984	<i>Daphnia magna</i>		11700 - 35000
SFS-EN11348-3:1999	Bactérias Luminescentes		2300 - 6900
0 - 72 h/Algatoxkit F SFS-EN ISO 8692-2012	Greenalgae <i>Pseudokirchnerilla subcapitata</i>		2000 - 6000

[00133] Como apresentado na Tabela 5, os

resultados claramente mostram que o concentrado antimicrobiano não é tóxico para o meio ambiente. Além disso, também a solução de trabalho (concentrado aquoso diluído) não é tóxica para o meio ambiente.

Exemplo 2

[00134] Este exemplo apresenta as propriedades de resistência à lavagem do material fibroso com propriedades antimicrobianas e a atividade antibacteriana do material fibroso como determinado antes e depois das lavagens.

Propriedades bactericidas do material fibroso com propriedades antimicrobianas

[00135] O Exemplo 2.1 apresenta o efeito de lavagens repetidas para propriedades antimicrobianas do material fibroso com propriedades antimicrobianas obtidas a partir do Exemplo 1.1 como determinado pelo método padrão EN20743:2013. Também, a atividade fungistática de material fibroso impregnado com solução solúvel em água de composição de ácido de resina conífera obtida a partir do Exemplo 1.1 é apresentada. No Exemplo 2.2 é mostrado o efeito de lavagens repetidas nas propriedades antimicrobianas do material fibroso com propriedades antimicrobianas obtidas a partir do Exemplo 1.2.

[00136] Além disso, no Exemplo 2.3 é mostrado as propriedades físicas de material fibroso tratado como em comparação com as propriedades físicas de material fibroso não tratado.

Exemplo 2.1

Propriedades antimicrobianas

[00137] As propriedades bactericidas do material fibroso produzidas no Exemplo 1.1 foram determinadas pelo

método padrão EN20743:2013. Um modelo bacteriano *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 foi escolhido e o teste foi realizado em triplicata em placas de Petri, onde uma amostra de teste de tecido foi colocada. A suspensão microbiana foi aplicada ao tecido de acordo com o método. Para controlar a solução microbiana também foi aplicada às amostras de tecido, que não haviam sido tratadas com composição de ácido de resina conífera. A suspensão microbiana foi mantida no tecido durante $23,5 \pm 0,5$ horas. O procedimento subsequente foi realizado de acordo com o método de teste SFS-EN ISO 20743.

[00138] O tecido tratado com a composição de ácido de resina conífera em uma quantidade de $0,3 - 0,365\text{g/m}^2$ tinha uma forte atividade bactericida contra *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 e mostrou mais do que 7 expoentes que reduzem o crescimento bacteriano em comparação com a amostra não tratada (em termos de EN20743:2013).

[00139] A atividade antibacteriana do algodão impregnado foi Ig 7,2 sem lavagens e Ig 5,2 depois de 10 lavagens. A Tabela 6 ilustra o crescimento de *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 em amostras de controle, a Tabela 7 ilustra o crescimento de *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 em têxteis recentemente impregnados, e a Tabela 6 ilustra um resumo do teste para têxteis recentemente impregnados. As mesmas fórmulas e abreviações foram usadas como nos Exemplos seguintes.

Tabela 6 Controle para têxteis recentemente impregnados (24h)

Organismo de teste	Taxa de diluição 10	Espécime 1	Espécime 2	Espécime 3
<i>Staphylococcus</i>	-7	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
<i>aureus</i> ATCC 6538	-8	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-9	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300

	-10	30/45	80/90	50/40
--	-----	-------	-------	-------

Tabela 7 Teste de têxteis recentemente impregnados (24 h)

Organismo de teste	Taxa de diluição 10	Espécime 1	Espécime 2	Espécime 3
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 6538	1	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-1	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-2	300/280	270/290	300/285
	-3	9/11	14/17	3/2
	-4	0/0	0/0	0/0

Tabela 8 Teste para têxteis recentemente impregnados

	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC6538
Concentração de inoculo (CFU/ml)	0,2ml – 4,9 Ig CFU/ml (To, Co)
Diferença de extremos para três espécimes de controle (Ig) (condição: menos do que 1 Ig)	0 h 23 ± 0,5 h 0,2 0,3
Diferença de extremos para três Espécimes de teste antibacteriano (Ig) (condição: menos do que 2 Ig)	0 h 23 ± 0,5 h 0,2 0,7
Valor de crescimento de F (F = Ig Ct – Ig Co)	+ 8,0 (12,9 – 4,9 = 8,0)
Valor de crescimento de G (G = Ig Tt – Ig To)	+ 0,86 (5,76 – 4,9 = 0,86)
Valor de atividade antibacteriana (A = F – G)	Ig 7,24 (8,0 – 0,86 = 7,24)
Método de medição	Método de contagem de placa
Tipo de amostra têxtil	Tecido (100% de CO)
Método de esterilização	UV
Tempo de incubação	23 ± 0,5 h

Sustentabilidade das propriedades bactericidas do tecido

[00140] Este exemplo ilustra as propriedades de resistência à lavagem de tecido impregnado obtido a partir do Exemplo 1.1.

[00141] Tabela 9 ilustra o crescimento de *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 em amostras de controle

lavadas dez vezes, a Tabela 10 ilustra o crescimento de *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 em têxteis impregnados lavados dez vezes, e a Tabela 11 ilustra um resumo do teste para têxteis impregnados lavados dez vezes. As mesmas fórmulas e abreviações foram usadas como nos exemplos anteriores.

Tabela 9 Controle para têxteis impregnados lavados dez vezes
24 h

Organismo de teste	Taxa de diluição 10	Espécime 1	Espécime 2	Espécime 3
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 6538	- 6	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-7	190/210	205/225	250/230
	-8			
	9	10/20	17/13	11/16
	-10	0/1	2/2	3/1
		0/0	0/0	0/0

Tabela 10 Teste para têxteis impregnados lavados dez vezes
24 h

Organismo de teste	Taxa de diluição 10	Espécime 1	Espécime 2	Espécime 3
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 6538	1	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-1	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-2	300/280	270/290	300/285
	-3	9/11	14/17	3/2
	-4	0/0	0/0	0/0

Tabela 11 Teste para têxteis impregnados lavados dez vezes
24 h

	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC6538
Concentração de inóculo	0,2 ml (4,48 Ig CFU/ml) (To, Co)

(CFU/ml)	
Diferença de extremos para três espécimes de controle (Ig) (condição: menos do que 1 Ig)	0 h 23 ± 0,5 h 0,1 0,1
Diferença de extremos para três Espécimes de teste antibacteriano (Ig) (condição: menos do que 2 Ig)	0 h 23 ± 0,5 h 0,1 0,7
Valor de crescimento de F ($F = I_g Ct - I_g Co$)	+ 5,98 (10,46 - 4,48 = + 5,98)
Valor de crescimento de G ($G = I_g Tt - I_g To$)	+0,79 (5,27 - 4,48 = 0,79)
Valor de atividade antibacteriana ($A = F - G$)	Ig 5,19 (5,98 - 0,79 = 5,19)
Método de medição	Método de contagem de placa
Tipo de amostra têxtil	Tecido (Algodão 100%)
Método de esterilização	UV
Tempo de incubação	23 ± 0,5 h

Atividade fungistática

[00142] Um tecido colorido vermelho de fibras mistas (62% de poliéster, 35% de algodão, 3% de elastano), tamanho 63x100 mm, peso 0,6g, foi escolhido como um modelo. O conjunto de controle continha amostras de 0,6g de têxteis intactos e o conjunto de teste continha três amostras de 0,6g de têxteis impregnados. *Aspergillus brasiliensis* (antigo *Aspergillus niger*) ATCC 16404 foi tomado como um modelo microbiológico.

[00143] O tecido foi mergulhado na solução de trabalho até ficar completamente molhado. O tecido encharcado foi drenado e, em seguida, foi colocado em uma superfície metálica e colocado em um termostato a 37°C durante a secagem. A secagem foi realizada durante 120 minutos até a secagem completa de tecido. Finalmente, todas as superfícies do tecido foram esterilizadas em raios UV durante 1,5 horas em cada lado.

[00144] O tecido foi tratado com soluções de trabalho das seguintes concentrações de 2 % de concentrado

solúvel em água de composição de ácido de resina conífera:

Concentração	Razão de diluição
0,04 % (400 ppm)	1:50
0,02 % (200 ppm)	1:100
0,01 % (100 ppm)	1:200
0,005 % (50 ppm)	1:400

[00145] Cada amostra de tecido foi colocada em placa de Petri estéril e 0,2 ml de suspensão de esporo *Aspergillus* (3×10^4 cfu/ml) foi introduzida na superfície. A suspensão foi deixada para encharcar na superfície do tecido por 2 a 3 minutos. Depois disso 20 ml de Solução Salina Fisiológica de Triptona (0,85% de NaCl e 0,2% de Polissorbato 80) foi cuidadosamente introduzida em cada placa de Petri sem entrar em contato com as superfícies do tecido. Todas as placas foram marcadas e incubadas a 30°C por 30 dias. O crescimento de *Aspergillus hyphae* apareceu em amostras de controle no 2º dia de incubação; no 5º dia formas de esporo negras de *Aspergillus* apareceram. Na concentração 0,005% (50 ppm) durante 21 dias depois de crescimento visível de contato apareceu, isto é, colônias negras de *Aspergillus* na superfície do tecido. O crescimento de *Aspergillus* visível em concentrações de 0,02% (200ppm), 0,01% (100ppm) e 0,04% (400ppm) foi ausente durante todo o período de incubação. A Tabela 12 apresenta o crescimento de *Aspergillus brasiliensis* ATCC 16404 em amostras de controle e a Tabela 13 apresenta o crescimento de *Aspergillus brasiliensis* ATCC 16404 em teste para têxteis impregnados.

Tabela 12 Controle para têxteis impregnados (30 dias)

Organismos de teste	Taxa de diluição R 10	Espécime de controle CFU/ml
Aspergillus brasiliensis ATCC 16404	-6	220/230
	-7	37/29 5
	-8	3/3
	-9	1/1
	-10	1/0 10

Tabela 13 Teste para têxteis impregnados (30 dias)

Organismo de teste	Taxa de diluição R	Espécime de teste com concentração 400ppm (CFU/ml)	Espécime de teste com concentração 200ppm (CFU/ml)	Espécime de teste com concentração 100ppm (CFU/ml)	Espécime de teste com concentração 50ppm (CFU/ml)
<i>Aspergillus brasiliensis</i> ATCC 16404	1	300/300	300/300	300/300	> 300/> 300
	-1	22/16	35/27	30/37	> 300/> 300
	-2	1/3	3/3	2/3	> 300/> 300
	-3	0/0	0/0	0/0	> 300/> 300
	-4	0/0	0/0	0/0	> 300/> 300
	-5	0/0	0/0	0/0	75/67
	-6	0/0	0/0	0/0	10/8
	-7	0/0	0/0	0/0	2/3

[00146] De acordo com EVS-EN ISO 20743:2013 na modificação, a composição de ácido de resina conífera nas concentrações 100ppm, 200ppm e 400ppm em têxteis impregnados possui forte atividade fungistática no tempo de contato de 30 dias a $29,5^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ (>5Ig) para *Aspergillus brasiliensis* de estirpe referenciada (antigo *Aspergillus n/ger*) ATCC 16404. Um resumo do teste para têxteis impregnados é apresentado na Tabela 14. As seguintes fórmulas e abreviações foram usadas no cálculo:

$$M = CB \times 20;$$

$$CB = Z \times R;$$

M é o número de fungos por espécime;

CB é a concentração de fungos, em CFU/ml;

Z é o valor médio de placas de Petri em CFU/ml de inóculo;

R é a taxa de diluição;

CFU é as unidades de formação de colônia;

F é o valor de crescimento no espécime de controle;

Ig Ct é o logaritmo comum de média aritmética dos números de fungos obtidos de espécime de controle depois da incubação de 30 dias;

Ig Co é o logaritmo comum de média aritmética dos números de fungos obtidos de espécime de controle imediatamente depois de inoculação;

A é o valor de atividade fungistática;

G é o valor de crescimento no espécime de teste antifúngica;

Ig Tt é o logaritmo comum de média aritmética dos números de fungos obtidos de espécime de teste antifúngica depois de 18 dias de incubação;

Ig To é o logaritmo comum de média aritmética dos números de fungos obtidos de espécime de teste antifúngica imediatamente depois da inoculação.

Tabela 14 Teste para têxteis impregnados

	Aspergillus brasiliensis ATCC 16404	
Concentração de Inoculo (CFU/ml e Ig)	75 x 10 ³ 3,88 Ig	
Valor de crescimento de F (F = Ig Ct - Ig Co)	+ 5,33 (9,21 - 3,88 = 5,33)	
Valor de crescimento de G (G = Ig Tt - Ig To)	400 ppm	-0,28 (3,6 - 3,88 = -0,28)
	200 ppm	-0,08 (3,8 - 3,88 = -0,08)
	100 ppm	-0,08 (3,8 - 3,88 = -0,08)
	50 ppm	+4,27 (8,15 - 3,88 = 4,27)
Valor de atividade fungistática (A = F - G)	400 ppm	Ig 5,61 (5,33 - -0,28 = 5,61)
	200 ppm	Ig 5,41 (5,33 - -0,08 = 5,41)
	100 ppm	Ig 5,41 (5,33 - -0,08 = 5,41)
	50 ppm	Ig 1,06 (5,33 - 4,27 = 1,06)
Método de medição	Método de contagem de placa	
Tipo de material de amostra	Têxteis (62 % de poliéster, 35 % de algodão, 3 % de elastano)	
Método de esterilização	UV	

Tempo de incubação	30 dias
--------------------	---------

[00147] Simultaneamente, maiores razões de diluição de 1:600 e 1:800 da composição de ácido de resina conífera foram pesquisadas. A atividade do produto não foi observada. No controle, o crescimento de colônias negras de *Aspergillus* visível apareceu no 5º dia de período de contato.

[00148] Um resumo dos resultados de teste apresentados na Tabela 14 mostra que forte atividade fungistática foi obtida já na concentração de 100ppm da composição de ácido de resina conífera, e nas maiores concentrações, isto é, 200 ppm, e 400 ppm o valor de atividade fungistática foi muito similar àquele obtido com menor concentração de 100 ppm da composição de ácido de resina conífera. Assim, uma conclusão pode ser desenhada que a composição de ácido de resina conífera na concentração de 100 ppm é suficiente para fornecer forte atividade fungistática em materiais fibrosos, tais como têxteis.

Propriedades fungicidas de tecido empilhado

[00149] Simultaneamente, as propriedades fungicidas de tecido em um pacote foram pesquisadas. O tecido foi tratado com as seguintes concentrações de 2 % de Concentrado solúvel em água de composição de ácido de resina conífera:

Razão de diluição

0,08% (800ppm) 1:25;

0,04% (400ppm) 1:50;

0,02% (200ppm) 1:100.

[00150] Inicialmente, o teste e os espécimes de controle foram esterilizados por UV (durante 1,5 hora cada lado). 4 peças de tecido da mesma amostra foram

sucessivamente colocadas em placa de Petri estéril, 0,05ml do inóculo (suspensão de esporo 3×10^4 cfu/ml) foram pipetadas com precisão em vários pontos em cada espécime de teste. Cada espécime de teste (camada) foi inoculado um por um. Em seguida, quatro espécimes de teste (camadas) foram colocados (empilhados) em uma placa (placa de Petri) com uma concentração. Imediatamente depois da inoculação 20ml de solução de cloreto de sódio de triptona foram adicionados em cada placa e a placa foi fechada. Em seguida, as placas foram misturadas cuidadosamente e lentamente à mão. As placas foram incubadas (espécime de controle e três espécimes de teste: 200ppm, 400ppm e 800ppm) a $29,5 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ durante 18 dias.

[00151] O crescimento do organismo de teste *Aspergillus brasiliensis* ATCC 16404 em amostras de controle é apresentado na Tabela 15 e resultados correspondentes para têxteis impregnados em três níveis de concentração (200, 400 e 800ppm) são mostrados na Tabela 16.

Tabela 15 Controle para têxteis impregnados (18 dias)

Organismo de teste	Taxa de diluição R	20 Espécime de controle CFU/ml 25
<i>Aspergillus brasiliensis</i> ATCC 16404	-6	> 300/300
	-7	> 300/> 300
	-8	68/72 30
	-9	7/6
	-10	2/1 35

Tabela 16 Teste para têxteis impregnados (18 dias)

Organismo de teste	Taxa de diluição R	Espécime de teste com	Espécime de teste com	Espécime de teste com
--------------------	--------------------	-----------------------	-----------------------	-----------------------

		concentração 800 ppm	concentração 400 ppm	concentração 200 ppm
Aspergillus brasiliensis ATCC 16404	1	110/120	138/125	135/143
	-1	12/12	14/13	13/15
	2	0/1	1/2	1/0
	-3	0/0	0/0	0/0
	-4	0/0	0/0	0/0

[00152] Um resumo do teste para têxteis impregnados é apresentado na Tabela 17. As mesmas fórmulas e abreviações foram usadas como no exemplo anterior de atividade fungistática. De acordo com EVS-EN ISO 20743:2013 na modificação, o concentrado de 2% de composição de ácido de resina conífera nas concentrações 200 ppm, 400 ppm e 800ppm (v/v) em têxteis impregnados possui forte atividade fungistática ($> 7 \text{ Ig}$) no período de contato de 18 dias a $29,5 \pm 0,5^\circ\text{C}$ durante *Aspergillus brasiliensis* de estirpe referenciada (antigo *Aspergillus niger*).

Tabela 17 Teste para têxteis impregnados

	Aspergillus brasiliensis ATCC 16404		
Concentração de inóculo (CFU/0,2ml e Ig)	5,5 x 10 ³ 3,74 Ig		
Concentração de inóculo (CFU/0,05ml e Ig)	1,35x 10 ³ 3,13 Ig		
Valor de crescimento de F (F = Ig Ct – Ig Co)	+ 7,36 (11,1 – 3,74 = 7,36)		
Valor de crescimento de G (G = Ig Tt – Ig To)	800 ppm	-0,38 (3,36 – 3,74 = -0,38)	
	400 ppm	-0,32 (3,42 – 3,74 = -0,32)	
	200 ppm	-0,30 (3,44 – 3,74 = -0,3)	
Valor de atividade fungistática (A = F - G)	800 ppm	Ig 7,74 (7,36 – -0,38 = 7,74)	
	400 ppm	Ig 7,68 (7,36 – -0,32 = 7,68)	
	200 ppm	Ig 7,66 (7,36 – -0,30 = 7,66)	
Método de medição	Método de contagem de placa		
Tipo de material de amostra	Têxteis (62% de poliéster, 35% de algodão, 3% de elastano)		
Método de esterilização	UV		
Tempo de incubação	18 dias		

[00153] Os resultados claramente ilustram que o

tecido tratado com 0,15 - 0,3g/m² de composição de ácido de resina conífera ganha uma atividade fungistática estável contra *Aspergillus brasiliensis* (antigo *Aspergillus niger*) ATCC 16404, que inibe desenvolvimento de esporo em formas vegetativas e consequente reprodução de fungos. A composição de ácido de resina conífera pode ser usada como um conservante antifúngico para a prevenção de biodegradação de molde de produtos de tecido em meio ambiente de alta umidade. Além disso, se as peças de tecido assim tratadas são empilhadas suas propriedades antifúngicas são mantidas.

Exemplo 2.2

[00154] Abaixo é mostrado o efeito de lavagens repetidas nas propriedades antimicrobianas do material fibroso com propriedades antimicrobianas obtidas pelo processo descrito no Exemplo 1.2.

Propriedades antimicrobianas

[00155] As propriedades bactericidas do material fibroso produzido no Exemplo 1.2 foram determinadas pelo método padrão EN20743:2013. Um modelo bacteriano *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 foi escolhido e o teste foi realizado em triplicata em placas de Petri, onde uma amostra de teste de tecido foi colocada. 0,2ml de suspensão microbiana foram aplicados ao tecido de acordo com o método. Cada conjunto continha três amostras de 0,4 gramas de tecido intacto e três amostras de 0,4 gramas de tecido impregnado (62% de poliéster, 35% de algodão, 3% de elastano) e três amostras de 0,4 gramas de tecido impregnado (62% de poliéster, 35% de algodão, 3% de elastano) lavado e seco por 10 vezes. Para controlar a solução microbiana também foi aplicada às amostras de tecido, que não haviam sido tratadas

com composição de ácido de resina conífera. A suspensão microbiana foi mantida no tecido durante $23,5 \pm 0,5$ horas. O procedimento subsequente foi realizado de acordo com o método de teste EN20743:2013.

[00156] A Tabela 18 ilustra o crescimento de *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 em amostras de controle, a Tabela 19 ilustra o crescimento de *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 em têxteis recentemente impregnados, e a Tabela 20 ilustra um resumo do teste para têxteis recentemente impregnados. As mesmas fórmulas e abreviações foram usadas como nos exemplos anteriores.

Tabela 18 Controle para têxteis recentemente impregnados (24 h)

Taxa de diluição de organismo de teste	Espécime 1	Espécime 2	Espécime 3	Taxa de diluição de organismo de teste
10				10
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC-86538	> 300 /> 300 55/68 0/0 0/0	> 300 /> 300 300 27/39 0/0 0/0	> 300 /> 300 300 40/32 0/0 0/0	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC-86538
-9				-9
-10				-10
Tabela 19 Teste para têxteis recentemente impregnados (24 h)				Tabela 19 Teste para têxteis recentemente impregnados (24 h)
Taxa de diluição de organismo de teste	Espécime 1	Espécime 2	Espécime 3	Taxa de diluição de organismo de teste
10				10
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 6538	1	> 300 /> 300	> 300 /> 300	> 300 /> 300
-1	-1	> 300 /> 300	> 300 /> 300	> 300 /> 300
6538				
-2	-2	> 300 /> 300	> 300 /> 300	> 300 /> 300
-3	-3	> 300 /> 300	> 300 /> 300	> 300 /> 300

		300	300	
	-4	74/86	49/36	55/68
	-5	14/19	9/4	3/6
	-6	0/0	0/0	0/0

Tabela 20 Teste para têxteis recentemente impregnados

<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC6538	
Concentração de inóculo (CFU/ml)	0,2 ml – 4,88 Ig CFU/ml (To, Co)
Diferença de extremos para três espécimes de controle (Ig) (condição: menos do que 1 Ig)	0 h 23 ± 0,5 h <0,1 0,27
Diferença de extremos para três Espécimes de teste antibacteriano (Ig) (condição: menos do que 2 Ig)	0 h 23 ± 0,5 h <0,1 0,58
Valor de crescimento de F (F = Ig Ct – Ig Co)	+ 6,05 (10,93 – 4,88 = +6,05)
Valor de crescimento de G (G = Ig Tt – Ig To)	+2,2 (7,08 – 4,88 = 2,2)
Valor de atividade antibacteriana (A = F – G)	Ig 3,85 (6,05 – 2,2 = 3,85)
Método de medição	Método de contagem de placa
Tipo de amostra têxtil	Tecido (62% de poliéster, algodão 35%, 3% de elastano)
Método de esterilização	UV
Tempo de incubação	23 ± 0,5 h

[00157] Consequentemente, pode ser observado que o tecido tratado com a composição de ácido de resina conífera em uma quantidade de 0,15/m² tinha forte atividade bactericida contra *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 que mostra mais do que 3 expoentes que reduzem o crescimento bacteriano em comparação com a amostra não tratada (em termos de EN20743: 2013).

Sustentabilidade das propriedades bactericidas do tecido

[00158] Este exemplo ilustra as propriedades de resistência à lavagem de tecido impregnado obtido a partir do Exemplo 1.2. Foi considerado que, visto que, a principal substância auxiliar que fixa a composição de ácido de resina conífera em solução de água é um complexo de tensoativos não

iônicos, foi necessário determinar o efeito de detergentes, contendo tensoativos não iônicos, em lavar a composição de ácido de resina conífera da estrutura do tecido.

[00159] O tecido tratado com composição de ácido de resina conífera de acordo com Exemplo 1.2 foi tomado como um modelo tecido e Tween 80, como um produto que é usado em pesquisa científica para neutralização de biocidas químicos, foi selecionado como um modelo de tensoativo não iônico. A solução de trabalho do detergente foi preparada pesando-se 2,5g Tween 80/1 litro de água na temperatura de 40 °C.

[00160] A solução tensoativa foi vertida no frasco e colocada em um agitador magnético com uma temperatura de aquecimento de 30°C. Três amostras de tecido foram colocadas na solução e giradas em uma solução detergente a 40 rpm durante 15 minutos. Assim, uma ação mecânica combinada e o impacto de detergente na amostra de teste de tecido foi simulada. Depois do procedimento, as amostras de tecido foram colocadas em uma superfície metálica e colocadas em um termostato a 37°C durante a secagem. A secagem foi realizada durante 120 minutos até a secagem completa do tecido. No total, 10 ciclos completos foram realizados simulando um ciclo completo de lavagem, que consistia em impacto mecânico e o efeito de detergente, enxágue e secagem.

[00161] A amostras foram então testadas para propriedades bactericidas e os testes foram realizados como previamente mostrados e de acordo com o método EN20743:2013.

[00162] A Tabela 21 ilustra o crescimento de *Stafylococcus aureus* ATCC 6538 em amostras de controle lavadas dez vezes, a Tabela 22 ilustra o crescimento de

Stafylococcus aureus ATCC 6538 em têxteis impregnados lavados dez vezes, e a Tabela 23 ilustra um resumo do teste para têxteis impregnados lavados dez vezes. As mesmas fórmulas e abreviações foram usadas como nos exemplos anteriores.

Tabela 21 Controle para têxteis impregnados lavados dez vezes (24h)

Organismo de teste	Taxa de diluição 10	Espécime 1 ^v	Espécime 2	Espécime 3
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 6538	-7	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-8	55/68	27/39	40/32
	-9	0/0	0/0	0/0
	-10	0/0	0/0	0/0

Tabela 22 Teste para têxteis impregnados lavados dez vezes (24 h)

Organismo de teste	Taxa de diluição 10	Espécime 1	Espécime 2	Espécime 3
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 6538	1	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-1	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-2	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-3	> 300/> 300	> 300/> 300	> 300/> 300
	-4	> 100/> 100	> 100/> 100	> 100/> 100
	-5	27/15	17/25	32/27
	-6	0/0	0/0	0/0

Tabela 23 Teste para têxteis impregnados lavados dez vezes

<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC6538		
Concentração de inoculo (CFU/ml)		
Diferença de extremos para três espécimes de controle (Ig) (condição: menos do que 1 Ig)	0 h <0,1	23 ± 0,5 h 0,27

Diferença de extremos para três Espécimes de teste antibacteriano (Ig) (condição: menos do que 2 Ig)	0 h <0,1	23 ± 0,5 h 0,15
Valor de crescimento de F ($F = I_g C_t - I_g C_o$)	+ 6,05 (10,93 - 4,88 = + 6,05)	
Valor de crescimento de G ($G = I_g T_t - I_g T_o$)	+ 2,8 (7,68 - 4,88 = 2,8)	
Valor de atividade antibacteriana ($A = F - G$)	Ig 3,25 (6,05 - 2,8 = 3,25)	
Método de medição	Método de contagem de placa	
Tipo de amostra têxtil	Tecido (62 % de poliéster, 35 % de algodão, 3 % de elastano)	
Método de esterilização	UV	
Tempo de incubação	23 ± 0,5 h	

[00163] De acordo com os resultados apresentados nas Tabelas 21 a 23, o tecido tratado com a composição de ácido de resina conífera em uma quantidade de 0,15 g/m² depois de 10 ciclos de lavagem com neutralizador Tween 80, tem forte atividade bactericida contra *Staphylococcus aureus*

[00164] ATCC6538, que mostra mais do que 3 expoentes que reduzem o crescimento bacteriano como em comparação com a amostra não tratada (em termos de EN20743: 2013).

Exemplo 2.3

[00165] No Exemplo 2.3 é mostrado as propriedades físicas de materiais fibrosos tratados como em comparação com as propriedades físicas de materiais fibrosos não tratados.

[00166] As propriedades físicas de material fibroso com propriedades antimicrobianas

[00167] A Tabela 24 apresenta as propriedades fisiológicas de material fibroso tratado com uma composição de ácido de resina aquosa de acordo com a invenção.

Tabela 24 Propriedades fisiológicas de materiais fibrosos

Propriedade de produto testado	Material fibroso original não tratado	Material fibroso tratado com uma composição de ácido de resina aquosa
62% de PES, 35% de CO, 3% de E L		
Determinação de pilling	3 a 4	3 a 4
Resistência à abrasão (fricções)	44000	44000
Solidez da cor à lavagem doméstica e comercial	Mudança em cor 4 - 5	Mudança em cor 4 - 5
Solidez da cor à transpiração Alcalina/Ácida	Mudança em cor 4 - 5/4 - 5	Mudança em cor 4 - 5
Solidez da cor à fricção, Urdume	Seco 4 - 5/úmido 4	Seco 4 - 5 %/úmido 4
Solidez da cor à fricção, Trama	Seco 4 - 5/úmido 4	Seco 4 - 5 %/úmido 4
Determinação de amarrotamento recuperação/Amarrotamento/Recuperação	2 a 3/3 a 4	2 a 3/3 a 4
90 % de PES, 10 % de EL		
Determinação de pilling	5	5
Resistência à abrasão (fricções)	87000	89000
Solidez da cor à lavagem doméstica e comercial	Mudança em cor 4 - 5	Mudança em cor 4 - 5
Solidez da cor à transpiração Alcalina/Ácida	Mudança em cor 4 - 5/4 - 5	Mudança em cor 4 - 5/4 - 5
Solidez da cor à fricção, Transpassado	Seco 4 - 5/úmido 4 - 5	Seco 4 - 5/úmido 4 - 5
Solidez da cor à fricção, Trama	Seco 4 - 5/úmido 4 - 5	Seco 4 - 4/úmido 4 - 5
Determinação de máxima força e alongamento	Urdume 995 N/62,9 %, Trama 1040 N/56,7 %	Urdume 1025 N/65,7 %, Trama 1050 N/58,3 %
Determinação de resistência à superfície umectante, Espécime 1 - 3	0/0/0	0/0/0
Determinação de amarrotamento recuperação/Amarrotamento/Recuperação	4/5	3 a 4/5
100 % de Algodão		
Determinação de pilling	3 - 5	3 - 5
Resistência à abrasão (fricções)	20000	17000
Solidez da cor à lavagem doméstica e comercial	Mudança em cor 4 - 5	Mudança em cor 4 - 5

Solidez da cor à transpiração Alcalina/Ácida	Mudança em cor 4 - 5/4 - 5	Mudança em cor 4 - 5/4 - 5
Solidez da cor à fricção, Transpassado	Seco 4 - 5/úmido 4	Seco 4 - 5/úmido 4
Solidez da cor à fricção, Trama	Seco 4 - 5/úmido 4	Seco 4 - 4/úmido 4
Determinação de máxima força e alongamento	Urdume 652 N/6,8%, Trama 544 N/18%	Urdume 649 N/6,8%, Trama 534 N/22,5%
Determinação de resistência à superfície umectante, Espécime 1 - 3	1/0/0	1/1/1
Determinação de amarrotamento recuperação/Amarrotamento/Recuperação	1 - 2/2	1 - 2/2

[00168] Como observado a partir da Tabela 24, o material fibroso com propriedades antimicrobianas tem aproximadamente as mesmas propriedades fisiológicas como o material fibroso original não tratado. Assim, produzir o material fibroso com uma composição de ácido de resina aquosa não afeta adversamente em propriedades físicas dos produtos fibrosos resultantes. Tratar os materiais fibrosos com uma composição de ácido de resina aquosa de acordo com o processo divulgado não tem efeito em propriedades físicas do produtos.

Exemplo 3

[00169] Este exemplo comparativo mostra as propriedades antimicrobianas de material fibroso impregnado com uma composição de ácido de resina conífera com base em álcool bem como com uma composição de ácido de resina conífera com base em água. Os detalhes destes estudos são apresentados nos Exemplos 3.1 e 3.2.

Exemplo 3.1

[00170] Este exemplo apresenta resultados de experimentos em que o material fibroso foi imerso em uma solução com base em álcool que compreende a composição de ácido de resina conífera e a atividade antibacteriana foi determinada antes e depois das lavagens de acordo com o mesmo

método SFS-EN ISO 20743 como previamente usado. A dita solução de ácido de resina conífera com base em álcool não continha emulsionantes ou agentes umectantes. Entretanto, como é conhecido que as propriedades antimicrobianas da composição de ácido de resina conífera são aumentadas por compostos de amônio quaternário, uma pequena quantidade de compostos de amônio quaternário foi adicionada à composição.

Composição da solução de ácido de resina conífera com base em álcool

[00171] Uma solução de composição de ácido de resina conífera com base em álcool foi preparada. A solução consistia em 70 a 80% de etanol, < 0,03% de compostos de amônio quaternário, < 1% de composição de ácido de resina conífera e água.

Propriedades antimicrobianas do material fibroso impregnado com uma solução de ácido de resina conífera com base em álcool

[00172] O teste foi realizado com três diferentes materiais de tecido e a atividade antimicrobiana foi determinada depois de 10 lavagens. A Tabela 25 apresenta resultados de teste para meias esportivas. Os resultados correspondentes para têxteis esportivos e malha em tricô são apresentados nas Tabelas 26 e 27, respectivamente. Nenhum dos materiais testados mostraram propriedades antimicrobianas de longa duração e os resultados claramente mostraram que impregnação com uma solução com base em álcool não é suficiente para ligar a composição de ácido de resina conífera em material fibroso.

Tabela 25 Resultados de teste para determinação de propriedades antimicrobianas de meias esportivas depois de 10 lavagens

Teste bactérias	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC6538	
Concentração de inóculo (CFU/ml)	2,25 x 10 ⁵	
Diferença de extremos para três espécimes de controle (Ig) (condição: menos do que 1 Ig)	0 h 0,1	24 h 0,5
Diferença de extremos para três Espécimes de teste antibacteriano (Ig) (condição: menos do que 2 Ig)	0 h 0,7	24 h 0,9
Valor de crescimento de F (F = Ig Ct – Ig Co)	+ 1,8	
Valor de crescimento de G (G = Ig Tt – Ig To)	+ 1,1	
Valor de atividade antibacteriana (A = F – G)	Ig 0,7	
Método de medição	Método de contagem de placa de Meias esportivas, pretas (79% de CO, 15% de PES, 2% PA, 2% de Elastano, 2% Borracha)	
Tipo de amostra têxtil		
Método de esterilização	Esterilização em autoclave	
Tempo de incubação	24 h	
Eficácia de propriedade antibacteriana	Menor do que os graus dados no padrão*	

*Eficácia de propriedade antibacteriana foi definida de acordo com o padrão usando-se o seguinte sistema de classificação: $2 < A < 3$ Significante, $A \geq 3$ Forte. O padrão não dá o grau para os resultados menores do que 2.

Tabela 26 Resultados de teste para determinação de propriedades antimicrobianas de têxteis esportivos depois de 10 lavagens

Teste bactéria <i>Staphylococcus aureus</i> ATCC6538		
Concentração de inóculo (CFU/ml) 2,25 x 10 ⁵		
Diferença de extremos para três espécimes de controle (Ig) (condição: menos do que	0 h 0,4	24 h 0,2

1 Ig)	
Diferença de extremos para três Espécimes de teste antibacteriano(Ig) (condição: menos do que 2 Ig)	0 h 24 h 0,3 0,5
Valor de crescimento de F (F = Ig Ct – Ig Co)	+ 2,2
Valor de crescimento de G (G = Ig Tt – Ig To)	+ 1,8
Valor de atividade antibacteriana (A = F – G)	Ig 0,4
Método de medição	Método de contagem de placa
Tipo de amostra têxtil	Têxteis esportivos, (100% de PES)
Método de esterilização	Esterilização em autoclave
Tempo de incubação	24 h
Eficácia de propriedade antibacteriana	Menor do que os graus dados no padrão*

*Eficácia de propriedade antibacteriana foi definida de acordo com o padrão usando-se o seguinte sistema de classificação: $2 < A < 3$ Significante, $A \geq 3$ Forte. O padrão não dá o grau para os resultados menores do que 2.

Tabela 27 Resultados de teste para determinação de propriedades antimicrobianas de malha em tricô depois de 10 lavagens

Teste bactérias	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC6538
Concentração de inoculo (CFU/ml)	$2,25 \times 10^5$
Diferença de extremos para três espécimes de controle (Ig) (condição: menos do que 1 Ig)	0 h 24 h 0,0 0,7
Diferença de extremos para três Espécimes de teste antibacteriano(Ig) (condição: menos do que 2 Ig)	0 h 24 h 0,0 0,9
Valor de crescimento de F (F = Ig Ct – Ig Co)	+ 1,7

Valor de crescimento de G ($G = I_g T_t - I_g T_o$)	+ 1,2
Valor de atividade antibacteriana ($A = F - G$)	Ig 0,5
Método de medição	Método de contagem de placa
Tipo de amostra têxtil	Malha em tricô (100% de CO)
Método de esterilização	Esterilização em autoclave
Tempo de incubação	24 h
Eficácia de propriedade antibacteriana	Menor do que os graus dados no padrão*

*Eficácia de propriedade antibacteriana foi definida de acordo com o padrão usando-se o seguinte sistema de classificação: $2 < A < 3$ Significante, $A \geq 3$ Forte. O padrão não dá o grau para os resultados menores do que 2.

[00173] Os resultados claramente mostram que não é possível obter propriedades antibacterianas de longa duração do material fibroso por impregnação com solução de ácido de resina conífera com base em álcool.

Exemplo 3.2

[00174] Este exemplo apresenta resultados de experimentos em que material fibroso foi imerso em solução com base em água que compreende a composição de ácido de resina conífera e a atividade antibacteriana foi determinada depois de 10 lavagens de acordo com o mesmo método SFS-EN ISO 20743 como previamente usado. A dita solução de ácido de resina conífera com base em água não continha emulsificantes ou agentes umectantes. Entretanto, como é conhecido que as propriedades antimicrobianas da composição de ácido de resina conífera são aumentadas pelos compostos de amônio quaternário, uma pequena quantidade de compostos de amônio quaternário foi adicionada à composição.

Composição da composição de ácido de resina conífera com base em água

[00175] A composição de ácido de resina conífera com base em água foi fabricada primeiro preparando uma solução a 30% de composição de ácido de resina conífera em álcool e, em seguida, adicionando esta solução de ácido de resina conífera alcóolica em uma solução detergente aquosa em uma quantidade de cerca de 0,9% em peso.

[00176] A solução resultante com base em água consistia em < 5% de álcool graxo etoxilato, < 7% de compostos de amônio quaternário, < 2% de sódio carbonato, < 1% de composição de ácido de resina conífera, água e pirofosfato de tetrapotássio como agente formador de complexo.

Propriedades antimicrobianas do material fibroso impregnado com uma solução de ácido de resina conífera com base em água

[00177] O teste foi realizado com três diferente materiais de tecido e a atividade antimicrobiana foi determinada depois de 10 lavagens. A Tabela 28 apresenta resultados de teste para meias esportivas. Os resultados correspondentes para têxteis esportivos e malha em tricô são apresentados nas Tabelas 29 e 30, respectivamente. Nenhum dos materiais testados mostrou propriedades antimicrobianas de longa duração e os resultados claramente mostraram que a impregnação com solução com base em água não é suficiente para ligar a composição de ácido de resina conífera em material fibroso.

Tabela 28 Resultados de teste para determinação de propriedades antimicrobianas de meias esportivas depois de

10 lavagens

Bactérias de teste	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC6538
Concentração de inoculo (CFU/ml)	$2,25 \times 10^5$
Diferença de extremos para três espécimes de controle (Ig) (condição: menos do que 1 Ig)	0 h 24 h 0,1 0,5
Diferença de extremos para três Espécimes de teste antibacteriano (Ig) (condição: menos do que 2 Ig)	0 h 24 h 0,7 0,9
Valor de crescimento de F ($F = I_g Ct - I_g Co$)	+ 1,8
Valor de crescimento de G ($G = I_g Tt - I_g To$)	+ 0,9
Valor de atividade antibacteriana ($A = F - G$)	0,9
Método de medição	Método de contagem de placa
Tipo de amostra têxtil	Meias esportivas, pretas (79% de CO, 15% de PES, 2% PA, 2% de Elastano, 2% de Borracha)
Método de esterilização	Esterilização em autoclave
Tempo de incubação	24 h
Eficácia de propriedade antibacteriana	Menor do que os graus dados no padrão*

*Eficácia de propriedade antibacteriana foi definida de acordo com o padrão usando-se o seguinte sistema de classificação: $2 < A < 3$ Significante, $A \geq 3$ Forte. O padrão não dá o grau para os resultados menores do que 2.

Tabela 29 Resultados de teste para determinação de propriedades antimicrobianas de têxteis esportivos depois de 10 lavagens

Bactérias de teste	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC6538
Concentração de inoculo (CFU/ml)	$2,25 \times 10^5$

Diferença de extremos para três espécimes de controle (Ig) (condição: menos do que 1 Ig)	0 h 0,4	24 h 0,2
Diferença de extremos para três Espécimes de teste antibacteriano (Ig) (condição: menos do que 2 Ig)	0 h 0,5	24 h 0,4
Valor de crescimento de F ($F = I_g Ct - I_g Co$)	+ 2,2	
Valor de crescimento de G ($G = I_g Tt - I_g To$)	+ 1,8	
Valor de atividade antibacteriana ($A = F - G$)	0,4	
Método de medição	Método de contagem de placa	
Tipo de amostra têxtil	Têxteis esportivos (100% de PES)	
Método de esterilização	Esterilização em autoclave	
Tempo de incubação	24 h	
Eficácia de propriedade antibacteriana	Menor do que os graus dados no padrão*	

*Eficácia de propriedade antibacteriana foi definida de acordo com o padrão usando-se o seguinte sistema de classificação: $2 < A < 3$ Significante, $A \geq 3$ Forte. O padrão não dá o grau para os resultados menores do que 2.

Tabela 30 Resultados de teste para determinação de propriedades antimicrobianas de malha em tricô depois de 10 lavagens

Bactérias de teste	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC6538
--------------------	--

Concentração de inoculo (CFU/ml)	2,25 x 10 ⁵	
Diferença de extremos para três espécimes de controle (Ig) (condição: menos do que 1 Ig)	0 h 0,0	24 h 0,4
Diferença de extremos para três Espécimes de teste antibacteriano (Ig) (condição: menos do que 2 Ig)	0 h 0,0	24 h 1,5
Valor de crescimento de F (F = Ig Ct - Ig Co)	+ 1,7	
Valor de crescimento de G (G = Ig Tt - Ig To)	+ 0,9	
Valor de atividade antibacteriana (A = F - G)	0,8	
Método de medição	Método de contagem de placa	
Tipo de amostra têxtil	Malha em tricô, (100% de CO)	
Método de esterilização	Esterilização em autoclave	
Tempo de incubação	24 h	
Eficácia de propriedade antibacteriana	Menor do que os graus dados no padrão*	

*Eficácia de propriedade antibacteriana foi definida de acordo com o padrão usando-se o seguinte sistema de classificação: $2 < A < 3$ Significante, $A \geq 3$ Forte. O padrão não dá o grau para os resultados menores do que 2.

[00178] Os resultados claramente mostram que não é possível para obter propriedades antibacterianas de longa duração do material fibroso por impregnação com solução de ácido de resina conífera com base em água.

[00179] Os resultados de exemplo comparativo 3 mostram que não é possível obter propriedades antimicrobianas de longa duração em produtos têxteis com solução com base em água de composição de ácido de resina conífera. Além disso, o exemplo comparativo 3 mostra que nem a solução com base em álcool de composição de ácido de resina

conífera nem a solução com base em água de composição de ácido de resina conífera é suficiente para obter propriedades antimicrobianas de longa duração em produtos têxteis. Assim, os resultados mostram que sem emulsificar a composição de ácido de resina conífera (etapa I) do processo divulgado), não é possível produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas de longa duração. Os resultados do exemplo comparativo são ainda mais significativos e surpreendentes, porque ambas as soluções de composição de ácido de resina conífera continham compostos de amônio quaternário que são conhecidos para realçar as propriedades antimicrobianas dos ácidos de resina conífera.

Exemplo 4

[00180] Neste Exemplo o material fibroso consistia em PVDF e foi intencionado para o uso na fabricação de fios cirúrgicos, materiais de sutura ou malhas cirúrgicas. O dito material fibroso é tratado com uma composição antimicrobiana obtida diluindo-se o concentrado solúvel em água de Exemplo 1.2 em razão de 1:100. O teste antimicrobiano foi realizado de acordo com o padrão SFS-EN ISO 20743 para *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 e o teste fungistático foi realizado de acordo com o padrão EVS-EN ISO 20743:2013 para *Aspergillus brasiliensis* ATCC 16404 como no Exemplo 2.1.

[00181] Os resultados obtidos foram similares aos exemplos previamente apresentados para materiais fibrosos. A atividade microbiana dos fios cirúrgicos foi reduzida mais do que três expoentes como em comparação com o fio cirúrgico não tratado usado como controle. Assim, o material fibroso tinha fortes atividades microbicidas e fungicidas.

Exemplo 5

[00182] Neste Exemplo o material fibroso consistia em polipropileno (PP) e foi intencionado para o uso na fabricação de máscaras e/ou roupas cirúrgicas de não tecido. O dito material fibroso é tratado com uma composição antimicrobiana obtida diluindo-se o concentrado solúvel em água de Exemplo 1.2 em razão de 1:100. O material fibroso foi impregnado na emulsão de ácido de resina aquosa de acordo com o processo previamente descrito como no Exemplo 1.2. O teste antimicrobiano foi realizado de acordo com o padrão SFS-EN ISO 20743 para *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 e o teste fungistático foi realizado de acordo com o padrão EVS-EN ISO 20743:2013 para *Aspergillus brasiliensis* ATCC 16404 como no Exemplo 2.1.

[00183] Os resultados obtidos foram similares aos exemplos previamente apresentados para materiais fibrosos. A atividade microbiana da roupa e máscara cirúrgica foi reduzida mais do que três expoentes como em comparação com a roupa e máscara cirúrgica não tratada usada como controle. Assim, os materiais fibrosos tinham fortes propriedades antifúngicas e antimicrobianas.

Exemplo 6

[00184] Este exemplo apresenta a liberação de partícula de material fibroso com propriedades antimicrobianas como em comparação com o material fibroso não tratado. O objetivo deste exemplo foi determinar a liberação de partícula de três materiais tanto como original (não tratado) quanto como tratado com uma composição antimicrobiana compreendendo ácidos de resina conífera. O

material fibroso com propriedades antimicrobianas foi fabricado como no Exemplo 1.2. A geração de fiapo e outra partícula no estado seco foi determinada de acordo com o padrão SFS-EN ISO 9073-10 com poucas diferenças com dispositivo QLT (teste de Formação de Fiapo Rápido).

[00185] Exemplo 6.1 apresenta a liberação de partícula de três materiais tanto como original quanto como tratado.

Exemplo 6.1

[00186] Os materiais fibrosos tratados foram fabricados como no Exemplo 1.2 com uma solução de trabalho do concentrado solúvel em água. A liberação dos materiais foi determinada com a medição QLT (Teste de Formação de Fiapo Rápido). As medições foram feitas para os seguintes materiais (original e tratado):

1. Microfibra, cinza, 1 10 g, 90% de PES - 10% de Elastano,
2. Flexão, branco, 200 g, 62% de PES - 35% de CO - 10 % de Elastano,
3. Microfibra de jersey, preta, 175 a 185 g, 90% de PES - 10% de Elastano.

Teste de Formação de Fiapo Rápido QLT

[00187] A geração de fiapo e outra partícula no estado seco foi determinada de acordo com o padrão SFS-EN ISO 9073-10 com poucas diferenças com dispositivo QLT (teste de Formação de Fiapo Rápido). A amostra foi submetida a uma ação combinada de torção e compressão em uma câmara de teste.

[00188] Três determinações paralelas foram feitas em ambos os lados (A certos e B errados) do material. O espécime foi colocado sobre o eixo na câmara (27 dm³) de

dispositivo de medição QLT. O eixo fazia movimento de contorcer e comprimir. Durante a flexão, o ar foi retirado a partir da câmara e partículas (0,3 - 25 µm) na corrente de ar foram contadas e classificadas em um contador de partícula a laser Hiac Royco 5230. O ar da câmara de dispositivo QLT foi filtrado HEPA. A concentração de partícula da câmara foi medida antes do teste e foi deduzida a partir dos resultados da amostra. As medições foram feitas em uma umidade relativa de $(50 \pm 5) \% \text{ RH}$ e em uma temperatura de $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$. A liberação de partícula do material foi calculada com categorias de tamanho de partícula de modo que a liberação de diferente tamanho de partículas seja mostrada. Os valores de formação de fiapo foram calculados para ambos os lados (A e B) separadamente e para o material como a média de ambos os lados (formação de fiapo de material). A formação de fiapo total é uma soma de todas as contagens.

Liberação de partículas de materiais

[00189] A liberação de partículas é mostrada na Tabela 31 pelas classes de tamanho de partícula e na Tabela 32 como formação de fiapo total de material.

Tabela 31 Liberação de partículas de materiais com medição QLT

Liberação de partícula de material	Distribuição de tamanho de partícula[µm]							
[pcs./tamanho de partícula]	0,3 - 0,5	0,5 a 1	1 - 7	7 - 9	9 - 13	13- 18	18- 25	>25
Microfibra, cinza, original								
Lado A	156926	290739	751381	4004	541	142	107	119
Lado B	179974	327106	774265	3762	602	165	148	194
Formação de fiapo de material	168450	308922	762823	3883	572	153	128	157

Microfibras, cinza, tratada								
Lado A	15307	37953	170694	341	103	51	36	46
Lado B	20169	49317	185119	382	126	66	76	111
Formação de fiapo de material	17738	43635	177907	362	115	59	56	79
Flexão, branco, original								
Lado A	8725	10757	9967	165	55	33	23	26
Lado B	10066	7699	9156	130	52	25	20	19
Formação de fiapo de material	9396	9228	9562	148	53	29	21	23
Flexão, branco, tratado								
Lado A	8890	7074	10068	146	39	17	20	35
Lado B	7619	5918	8583	107	29	14	13	19
Formação de fiapo de material	8255	6496	9326	126	34	16	16	27
Microfibras de jersey, preta, original								
Lado A	32929	57792	108960	235	52	28	18	15
Lado B	18303	31010	57144	296	127	85	53	45
Formação de fiapo de material	25616	44401	83052	266	90	57	35	30
Microfibras de jersey, preta, tratado								
Lado A	2459	3927	8443	94	49	28	28	29
Lado B	4414	6910	17280	137	71	34	29	35
Formação de fiapo de material	3436	5419	12862	115	60	31	29	32

Tabela 32 Formação de fiapo total de materiais [pes] na faixa de tamanho de partícula de 0,3 - 25 µm

Material	Formação de fiapo total [pcs]	Diferença original- tratado/original 0/0
Microfibras, cinza, original	1245088	
Microfibras, cinza, tratada	239949	81
Flexão, branco,	28459	

original		
Flexão, branco, tratado	24296	15
Microfibra jersey, preta, original	153547	
Microfibra jersey, preta, tratada	21983	86

Exemplo 7

[00190] O Exemplo 7 apresenta um exemplo comparativo, em que a liberação de partículas de três materiais fibrosos diferentemente tratados foram comparados. O exemplo mostra o valor de liberação de partículas de material fibroso não tratado, material fibroso tratado como descrito no Exemplo 1.2, e o material fibroso tratado com uma composição de ácido de resina alcoólica fabricada como descrito no Exemplo 3.1. Os detalhes destes estudos são apresentados no Exemplo 7.1.

Exemplo 7.1

[00191] O objetivo deste estudo foi determinar a liberação de partícula de três materiais. A liberação dos materiais foi determinada com a medição QLT (Teste de Formação de Fiapo Rápido) como descrito no exemplo anterior 5. As medições foram feitas para os seguintes materiais:

- 1 . Vermelho, 100 % de Algodão, original (não tratado)
2. Vermelho, 100 % de Algodão, Tratado com uma composição de ácido de resina alcoólica
3. Vermelho, 100 % de Algodão, Tratado com uma composição de ácido de resina aquosa e fabricado como no Exemplo 1.2

Teste de formação de fiapo rápido QLT

[00192] A medição QLT foi realizada de acordo

com o padrão SFS-EN ISO 9073-10 como descrito no exemplo anterior 6.1.

Liberação de partículas de materiais

[00193] A liberação de partículas é mostrada na Tabela 33 pelas classes de tamanho de partícula e na Tabela 34 como formação de fiapo total de material.

Tabela 33 Liberação de partículas de materiais com medição QLT

Liberação de partícula de material	Distribuição de tamanho de partícula[um]							
[pcs./tamanho de partícula]	0,3 - 0,5	0,5 a 1	1 - 2	2 a 3	3 - 5	5 a 10	10-25	>25
Original (não tratado), vermelho								
Lado A	266936	234533	133723	116024	34545	7354	369	8600
Lado B	193151	181800	107272	91404	27717	5753	281	138
Formação de fiapo de material	230044	208166	120498	103714	31131	6554	325	4369
Composição alcoólica Tratada, vermelha								
Lado A	510605	335112	169513	147078	45385	11066	359	206
Lado B	404486	255813	122040	104590	32573	7894	270	160
Formação de fiapo de material	457546	295463	145777	125834	38979	9480	314	183
Composição aquosa acc. para invenção Tratada, vermelha								
Lado A	372264	179613	69155	54216	20225	4744	253	125
Lado B	227532	152937	58054	44390	16473	3816	238	120
Formação de fiapo de material	249898	166275	63605	49303	18349	4280	245	123

Tabela 34 Formação de fiapo total de materiais [pes] na faixa de tamanho de partícula de 0,3 - 25 µm

Material	Formação de fiapo total [pcs]	Diferença original-tratado/original 0/0
Original (não tratado), vermelho	704800	
Composição alcoólica Tratada, vermelha	1073575	-52
Composição aquosa acc. para a invenção Tratada, vermelha	552078	49

[00194] Como observado a partir das Tabelas 33 e 34 o material fibroso tratado com uma composição de ácido de resina alcoólica possui um valor de libertação de partícula total surpreendentemente superior como em comparação com material fibroso original (não tratado) e material fibroso tratado com uma composição de ácido de resina aquosa de acordo com a invenção. O tratamento com uma composição de ácido de resina alcoólica resulta em mais do que aumento de 50% no valor de liberação de partícula total. Enquanto o tratamento com uma composição de ácido de resina aquosa de acordo com a invenção resulta em quase 50 % de redução do valor de liberação de partícula total. Essa descoberta muito surpreendente mostra que os produtos fibrosos produzidos com diferentes tipos de composição de ácido de resina conífera (isto é, emulsões alcoólicas vs aquosas) têm propriedades de produto completamente diferentes.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para produzir material fibroso com propriedades antimicrobianas **caracterizado** por compreender as seguintes etapas:

I) emulsificar uma composição de ácidos de resina de coníferas em uma solução aquosa com emulsionante e agente umectante, em que (i) o emulsionante é selecionado a partir de alfa olefinas C10-C18, e a composição de ácidos de resina de coníferas é primeiro dissolvida em um solvente selecionado dentre éteres glicólicos de série E, monometil éter de etilenoglicol (2-metoxietanol), monoetil éter de etilenoglicol (2-etoxietanol), monopropil éter de etilenoglicol (2-propoxietanol), monoisopropil éter de etilenoglicol (2-isopropoxietanol), monobutil éter de etilenoglicol (2-butoxietanol), monofenil éter de etilenoglicol (2-fenoxietanol), monobenzil éter de etilenoglicol (2-benziloxietanol), monometil éter de dietilenoglicol (2-(2-metoxietoxi)etanol, metil carbitol), monoetil éter de dietilenoglicol (2-(2-etoxietoxi)etanol, carbitol cellosolve), mono-n-butil éter de dietilenoglicol (2-(2-butoxietoxi)etanol, butil carbitol), éteres glicólicos de série P, metil éter de dipropilenoglicol, acetato de metil éter de dipropilenoglicol, n-butil éter de dipropilenoglicol, n-propil éter de dipropilenoglicol, glicol diacetato de propileno, metil éter de propileno glicol, acetato de metil éter de propileno glicol, n-butil éter de propileno glicol, n-propil éter de propileno glicol, fenil éter de propileno glicol, metil éter de tripropileno glicol, n-butil éter de tripropileno glicol, dimetil éter de dipropilenoglicol ou suas misturas, ou (ii) o emulsionante

é selecionado a partir de amins alifáticas etoxiladas com grau de etoxilação variando entre 2 e 15 mols, e a composição de ácidos de resina de coníferas é primeiro dissolvida em isopropanol,

II) transferir a emulsão assim formada para um material fibroso por impregnação.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que na etapa II) a impregnação compreende transferir a emulsão para um material fibroso por impregnação, imersão, pulverização, revestimento, submersão e/ou durante a formação de manta por ar ou via úmida.

3. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 e 2, **caracterizado** por compreender ainda a etapa III) de pós-tratamento do material fibroso para formar um produto acabado.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pelo fato de que na etapa III) o pós-tratamento compreende evaporar o solvente secando o material fibroso a temperatura ambiente ou preferivelmente de 20 a 180°C durante 1 a 120 minutos, mais preferivelmente de 20 a 80°C durante 10 a 120 minutos ou até secar, e lavar o material fibroso com água para remover o emulsionante.

5. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, **caracterizado** pelo fato de que o emulsionante na etapa I) serve tanto como um emulsionante quanto como um agente umectante.

6. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **caracterizado** pelo fato de que a etapa I) compreende um emulsionante selecionado a partir alfa olefinas C12-C16.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que etapa a I) compreende um emulsionante selecionado a partir de etoxilato de amina com base de coco, base oleica, base de soja ou base de sebo.

8. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 ou 7, **caracterizado** pelo fato de que a etapa I) compreende um agente umectante selecionado a partir de óxidos de amina, particularmente de preferência óxidos de alquil C10-C16 dimetilamina.

9. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1, 7 e 8, **caracterizado** pelo fato de que um regulador de pH é adicionado na etapa I).

10. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, **caracterizado** pelo fato de que na etapa I), a composição de ácidos de resina de coníferas compreende pelo menos 70 a 80% em peso de ácidos de resina/colofônia, dos quais mais de 90% em peso, preferivelmente mais de 95% em peso são ácidos de resina/colofônia livres.

11. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, **caracterizado** pelo fato de que na etapa II), a impregnação é realizada em um solvente adequado durante um tempo suficiente para permitir a adesão do agente antimicrobiano no material fibroso, preferivelmente menos do que 180 segundos, mais preferivelmente durante 10 a 120 segundos, ainda mais preferivelmente durante 2 a 3 segundos.

12. Material fibroso com propriedades antimicrobianas obtido a partir do processo, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 11, que compreende uma composição aquosa de ácidos de resina de coníferas **caracterizado** pelo fato de que os ácidos de resina

de coníferas formam uma rede molecular no material fibroso que cobre as fibras.

13. Material fibroso com propriedades antimicrobianas, de acordo com reivindicação 12, **caracterizado** pelo fato de que a liberação de partícula do material fibroso com propriedades antimicrobianas é reduzida em 5 a 100%, preferivelmente em 10 a 100%, mais preferivelmente em 15 a 85%, em comparação com o material fibroso não tratado, como determinado com a medição QLT (Teste de Formação de Fiapo Rápido) de acordo com o padrão SFS-EN ISO 9073-10.

14. Material fibroso com propriedades antimicrobianas, de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 e 13, **caracterizado** pelo fato de que o dito material fibroso tem propriedades antibacterianas e antifúngicas, em que o valor de atividade antimicrobiana é maior ou igual a Ig 2, como determinado pelo método padrão EVS-EN ISO 20743:2013.

15. Material fibroso com propriedades antimicrobianas, de acordo com a reivindicação 14, **caracterizado** pelo fato de que o dito material fibroso tem atividade antimicrobiana para *Staphylococcus aureus* ATCC6538 e *Aspergillus brasiliensis* ATCC16404, como determinado pelo método padrão EVS-EN ISO 20743:2013.

16. Composição antimicrobiana aquosa para uso como um concentrado solúvel em água no tratamento de materiais fibrosos **caracterizada** por compreender ácidos de resina de coníferas, em uma quantidade de 4000 ppm a 40000 ppm, preferencialmente 5000 ppm a 30000 ppm, particularmente preferencialmente em uma quantidade de 10000 ppm a 20000

ppm, água e (i) emulsionante selecionado a partir de alfa olefinas C10-C18 e um solvente selecionado dentre éteres glicólicos da série E, éter monometílico de etilenoglicol (2-metoxietanol), éter monoetílico de etilenoglicol (2-etoxietanol), éter monopropílico de etilenoglicol (2-propoxietanol), éter monoisopropílico de etilenoglicol (2-isopropoxietanol), éter monobutílico de etilenoglicol (2-butoxietanol, éter monofenílico de etilenoglicol (2-fenoxietanol), éter monobenzílico de etilenoglicol (2-benziloxietanol), éter monometílico de dietilenoglicol (2-(2-metoxietóxi)etanol, metil carbitol), éter monoetílico de dietilenoglicol (2-(2-etoxietóxi)etanol, carbitol celosolve), éter mono-n-butílico dietilenoglicol (2-(2-butoxietóxi)etanol, butil carbitol), éteres glicólicos da série P, éter metílico dipropilenoglicol, acetato de éter metílico dipropilenoglicol, éter n-butílico dipropilenoglicol, éter n-propílico dipropilenoglicol, diacetato de propilenoglicol, éter metílico de propilenoglicol, acetato de éter metílico de propilenoglicol, éter n-butílico de propilenoglicol, éter n-propílico de propilenoglicol, éter fenílico de propilenoglicol, éter metílico de tri-propilenoglicol, éter n-butílico de tri-propilenoglicol ou éter dimetílico de tri-propilenoglicol, (ii) emulsionante selecionado a partir de aminas alifáticas etoxiladas com grau de etoxilação variando entre 2 e 15 mols, e isopropanol como solvente.

17. Composição antimicrobiana aquosa, de acordo com a reivindicação 16, **caracterizada** por compreender ainda regulador de pH e/ou agente umectante.

18. Composição antimicrobiana aquosa, de acordo

com a reivindicação 17, **caracterizada** pelo fato de que o agente umectante é selecionado a partir de óxidos de amina, particularmente de preferência óxidos de alquil C10-C16 dimetilamina, e/ou o emulsionante é selecionado a partir de etoxilato de amina com base de coco, base oleica, base de soja ou base de sebo.

19. Composição antimicrobiana aquosa, de acordo com a reivindicação 17, **caracterizada** pelo fato de que o regulador de pH é selecionado a partir de etanolamina, dietanolamina e trietanolamina e/ou suas misturas.

20. Material fibroso com propriedades antimicrobianas, de acordo com qualquer uma das reivindicações 12 a 15, **caracterizado** por ser selecionado a partir de fibras de animal, planta, mineral ou sintéticas e/ou suas misturas.

21. Uso do material fibroso com propriedades antimicrobianas, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 12 a 15, **caracterizado** por ser na fabricação de tecidos, peles, couros, roupas, telas, tecidos, plásticos, mantas, acessórios, materiais de embalagem, papéis de parede, produtos relacionados a alimentos, produtos domésticos, calçados, materiais de construção, materiais isolantes e produtos médicos.

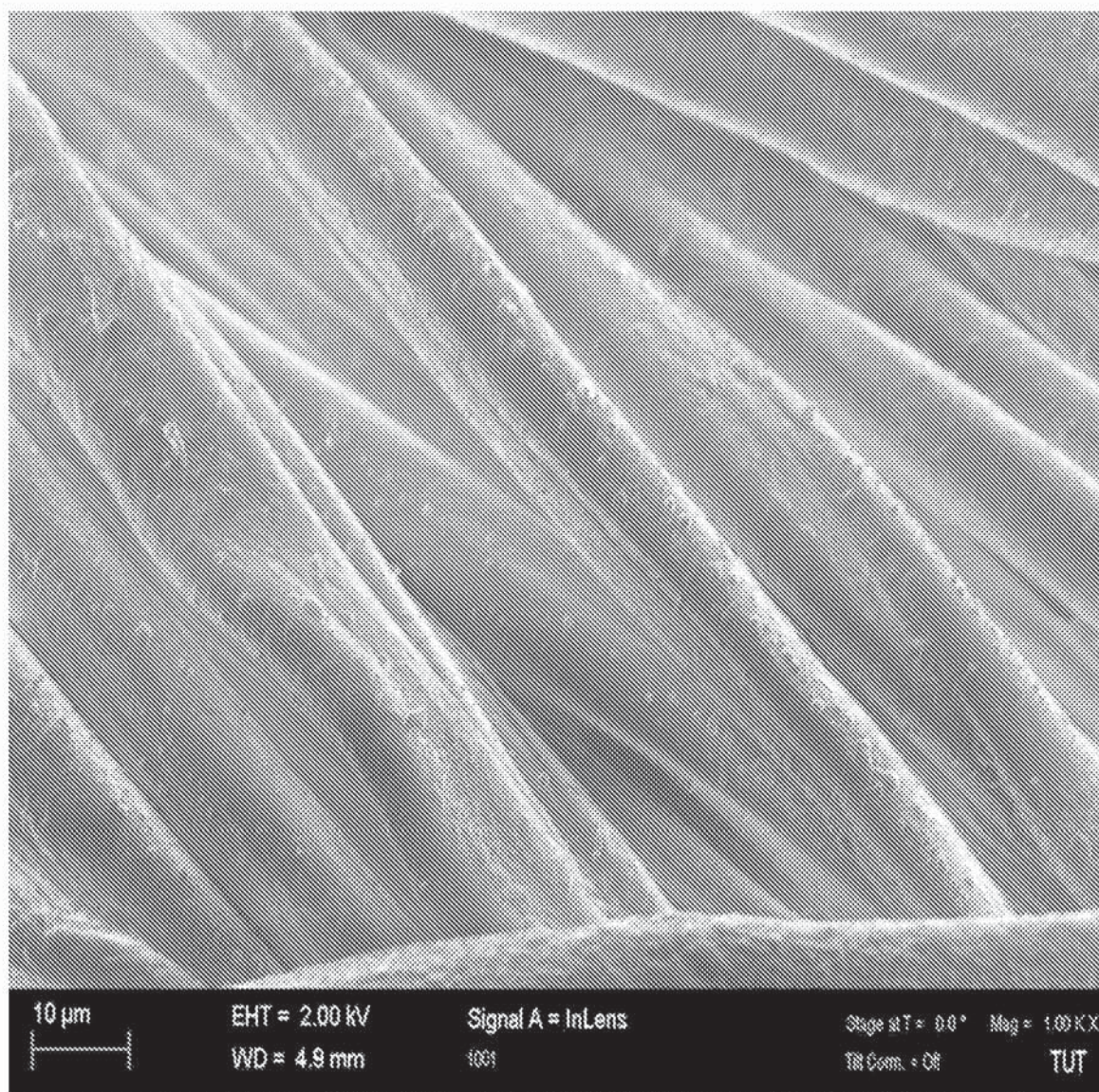


Figura [1]

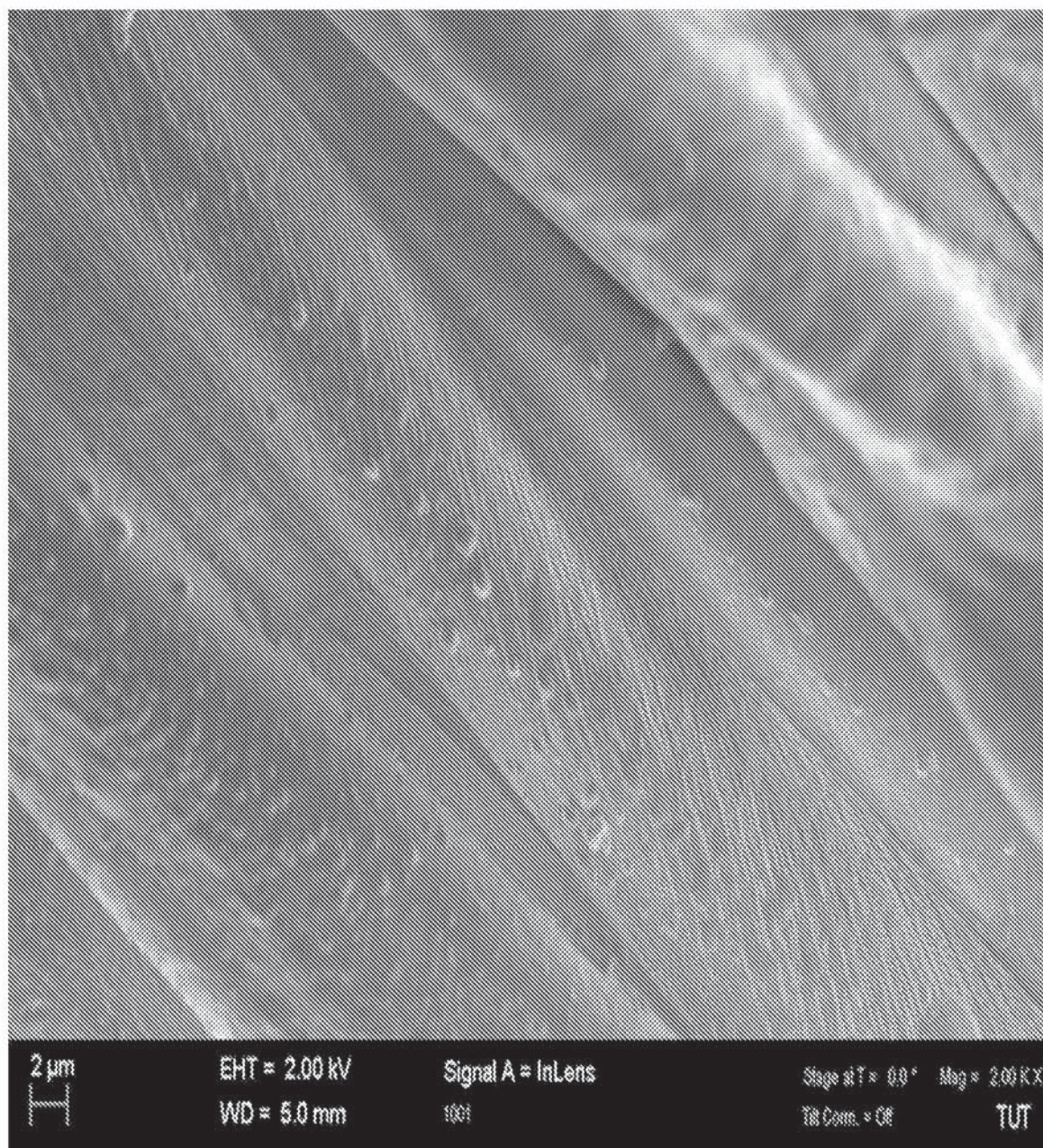


Figure [2]

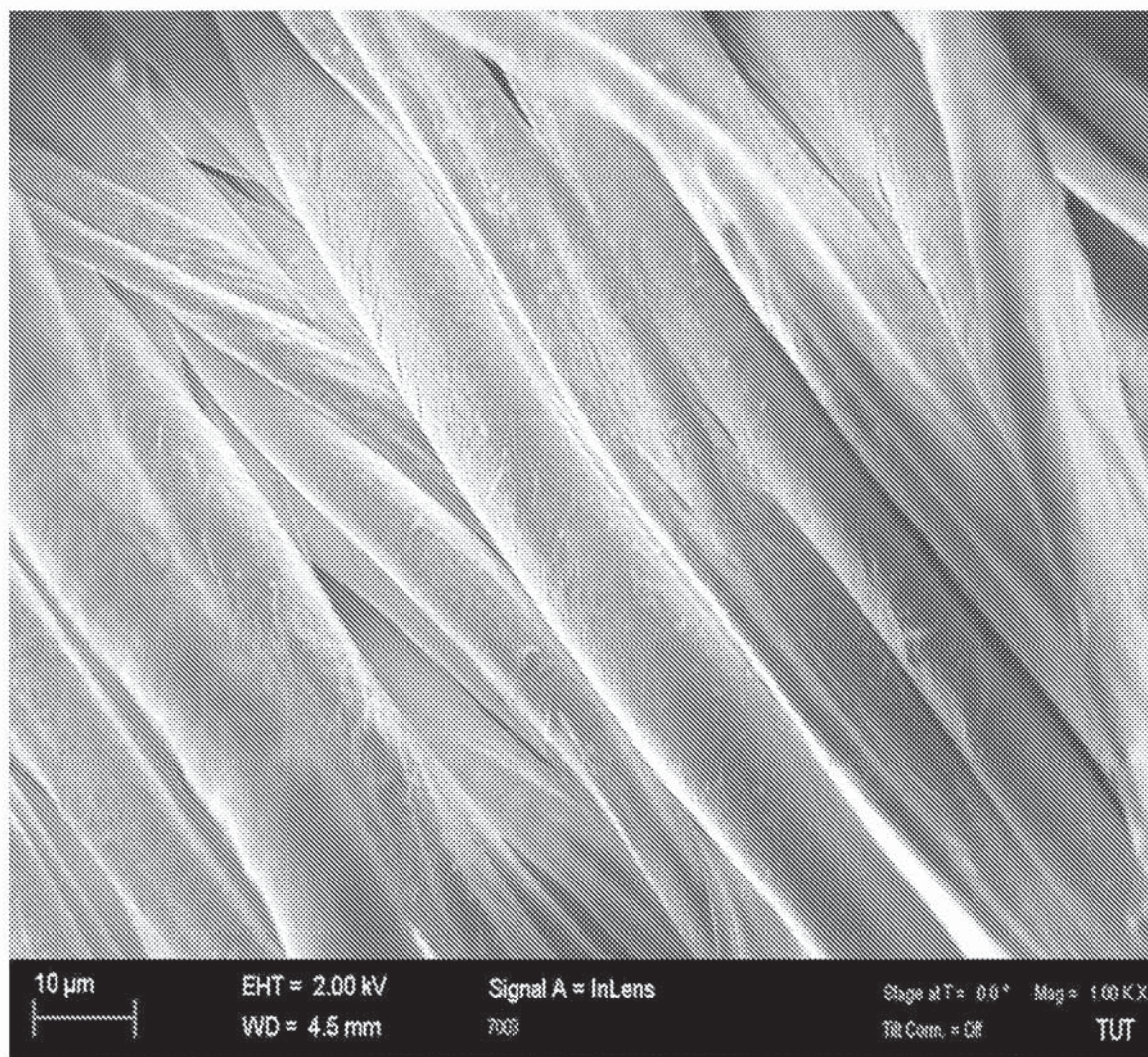


Figura [3]

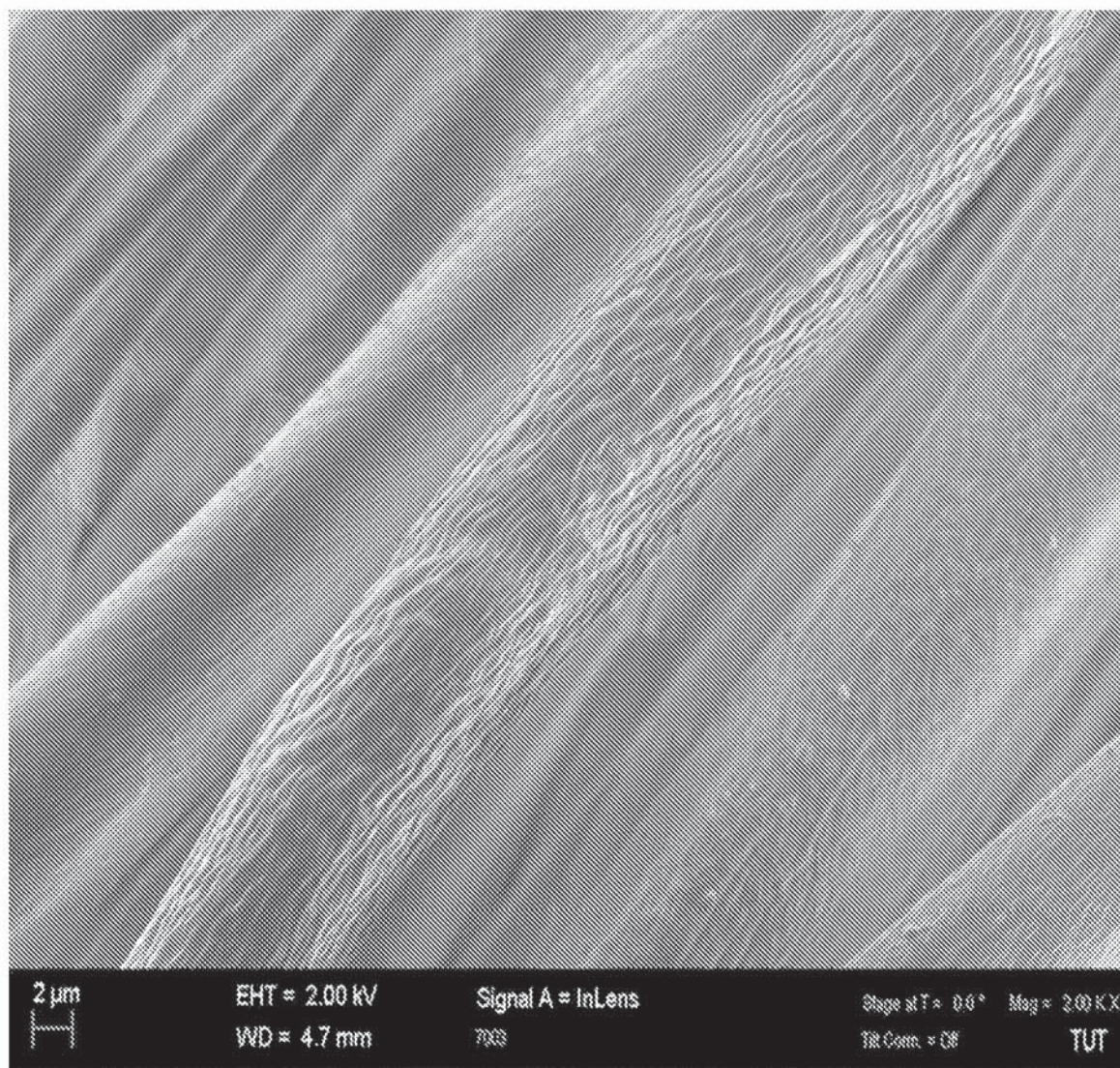


Figura [4]

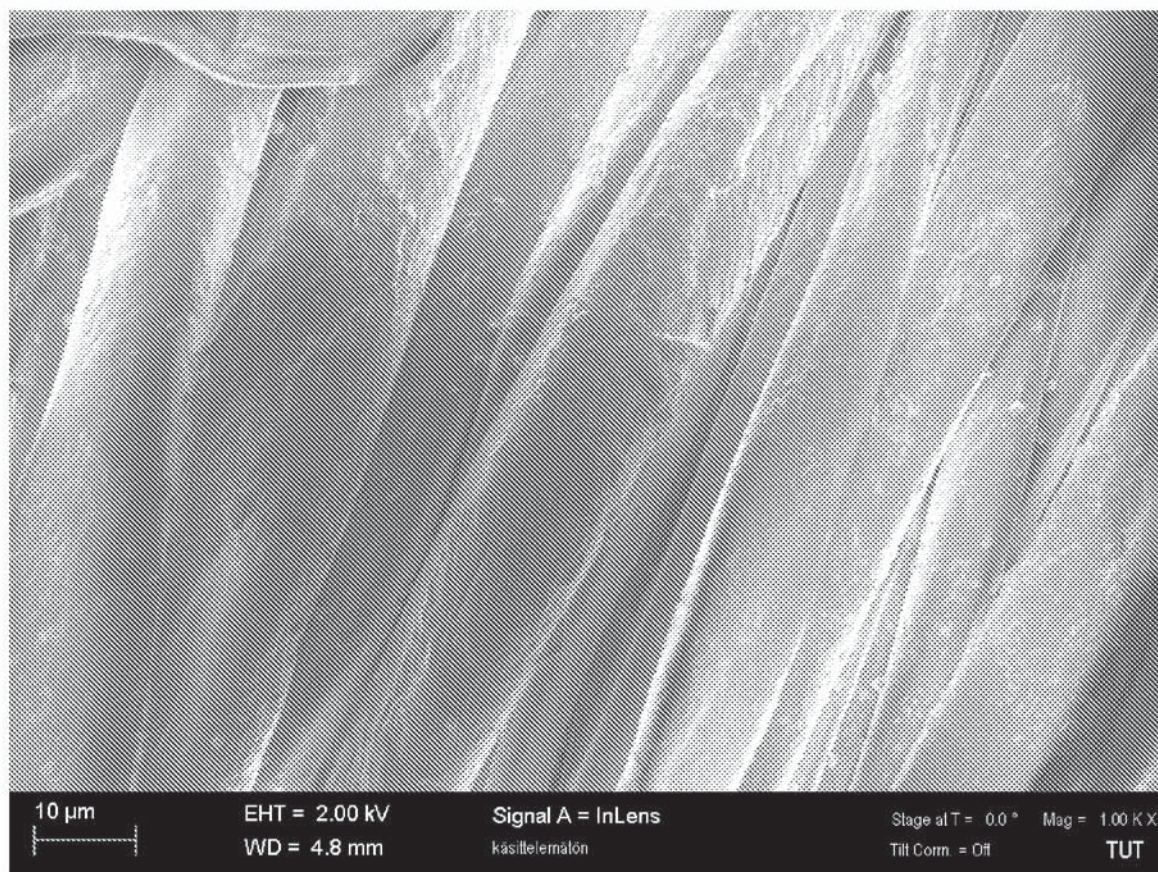


Figura [5]

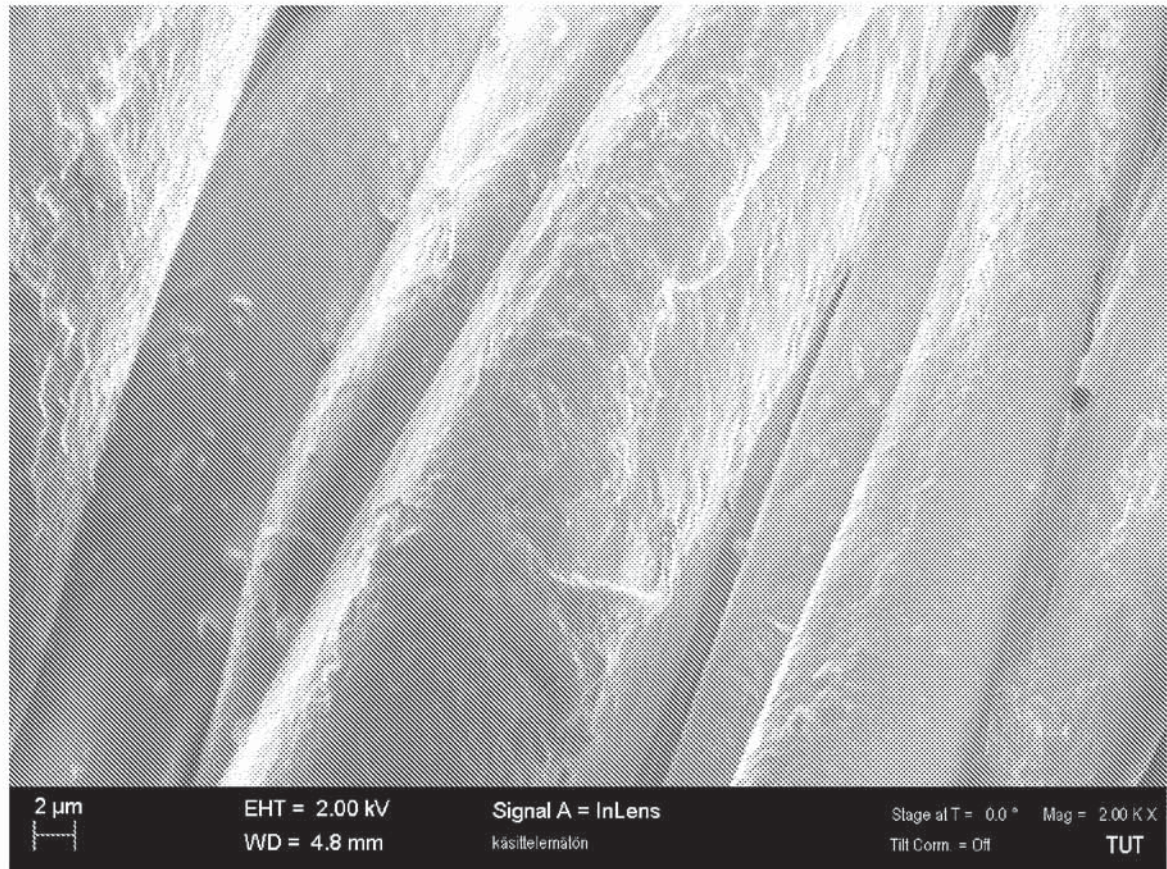


Figura [6]

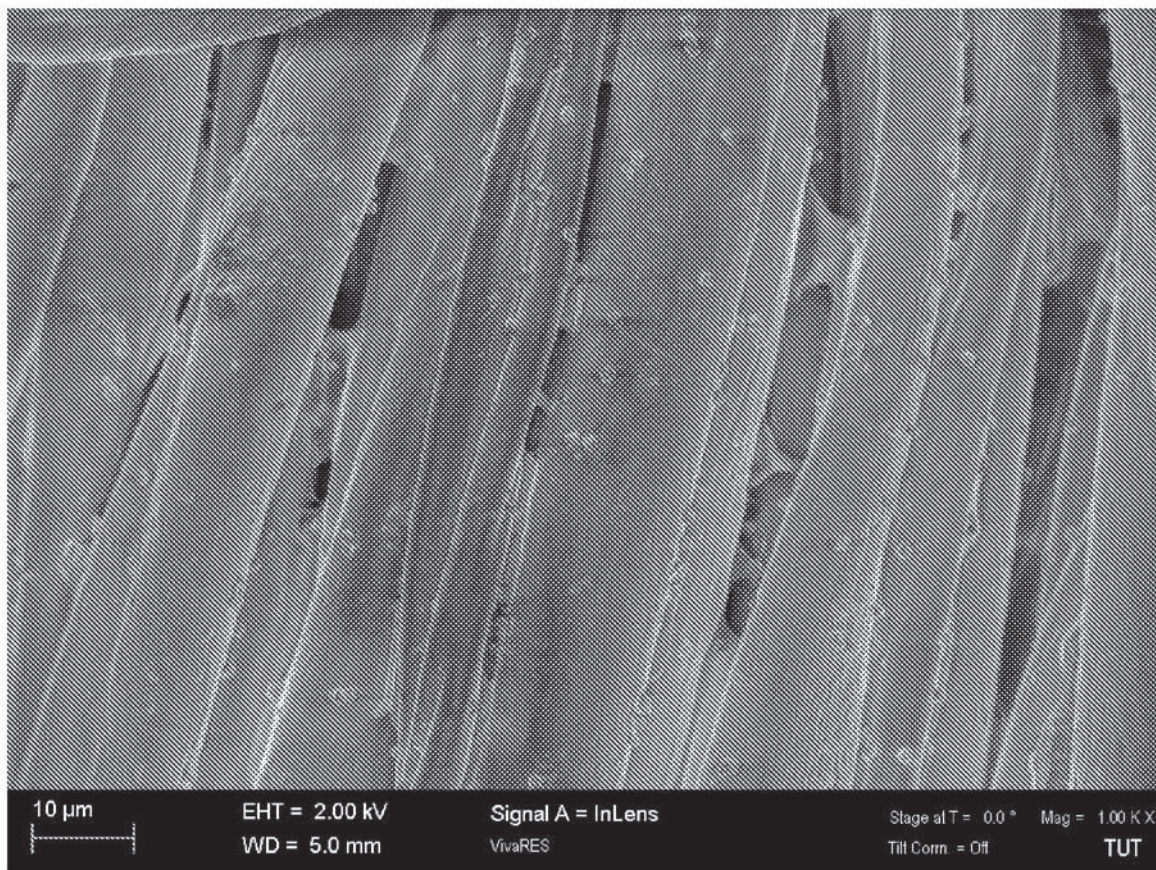


Figura [7]

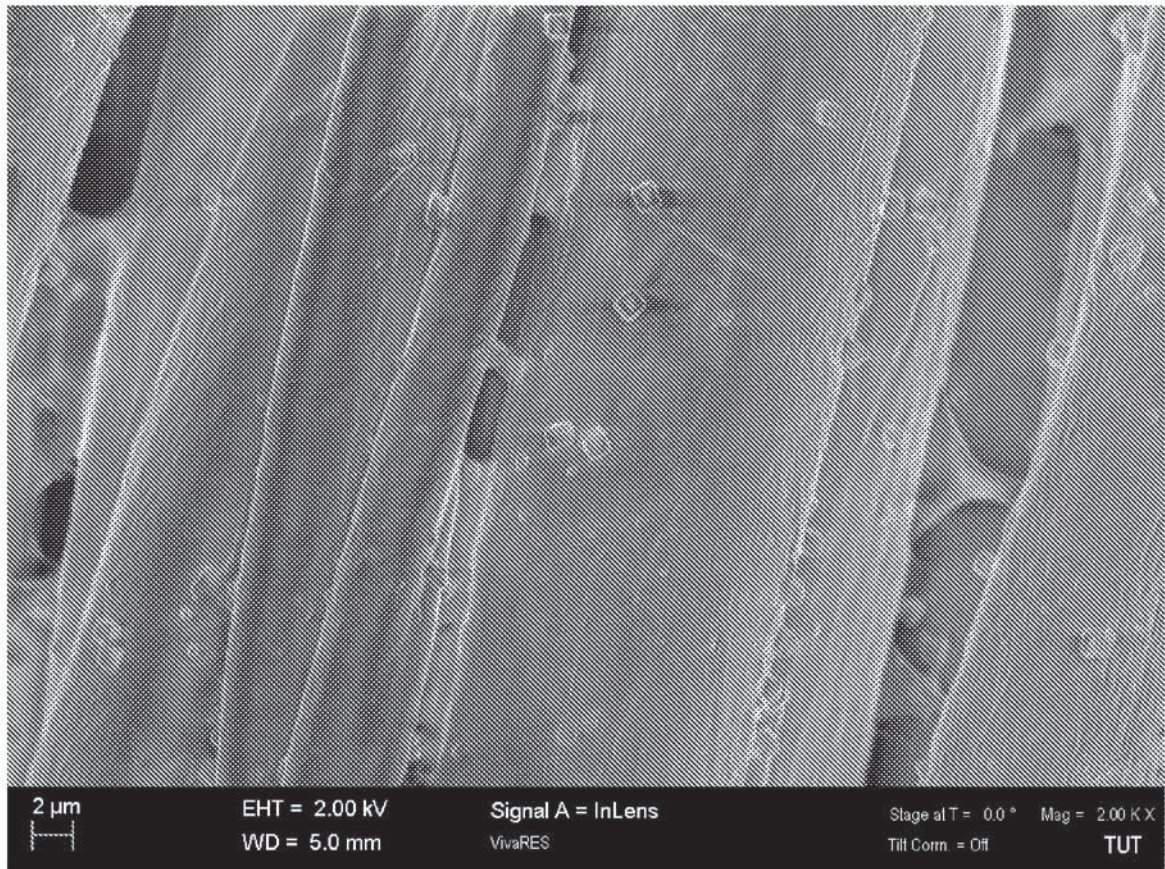


Figura [8]