

MICROPARTÍCULA DE COBRE MULTICOMPUESTA MICROESTRUCTURADA CON ACTIVIDAD ANTIBACTERIANA Y/O BIOCIDA QUE COMPRENDE EN SU ESTRUCTURA 5 TIPOS DIFERENTES DE COMPUESTOS DE COBRE

Descripción de la invención

- 5 La presente invención se refiere a una micropartícula de cobre multicompuesta microestructurada con actividad antibacteriana y/o biocida que comprende en su estructura 5 tipos diferentes de compuestos de cobre, todos regulares y cristalinos lo que explica las propiedades estructurales ventajosas de la micropartícula: Antlerita $\text{Cu}_3^{+2}(\text{SO}_4)(\text{OH})_4$, Brochantita $\text{Cu}_4^{+2}\text{SO}_4(\text{OH})_6$, Calcantita $\text{Cu}^{+2}\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, Natrocalcita
- 10 $\text{NaCu}_2^{+2}(\text{SO}_4)_2\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$, Hidróxido de sulfato de cobre $\text{Cu}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}/2\text{CuSO}_4 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$. La composición homogénea de la micropartícula multicompuesta microestructurada permite que las características de velocidad de liberación de cada uno de los 5 diferentes compuestos de cobre sea uniforme en todo el material donde se incorporan, produciendo cada compuesto de cobre presente su efecto
- 15 antibacteriano y/o biocida de forma individual al mismo tiempo en todos los lugares donde están presente. Debido a la inclusión de los cinco compuestos de cobre en una misma micropartícula multicompuesta microestructura tenemos una distribución homogénea y uniforme de estos compuestos que además permite que se requiera menos dosificaciones, aportando a la característica de traslucidez del material.
- 20 El proceso de producción de la micropartícula multicompuesta microestructurada consiste en la preparación de una dispersión de un hidróxido de cobre en estado de gel el cual es emulsionado con una disolución de sulfato de cobre en agua como disolvente, esta dispersión/solución es seguida inmediatamente por un proceso de secado por atomización en el seno de una corriente de aire caliente.
- 25 Se divulga también el uso de la micropartícula en la elaboración de materiales con actividad antibacteriana y/o biocida.
- Como parte del alcance de la invención se incluye una composición polimérica concentrada (*MasterBatch*) que comprende la micropartícula multicompuesta
- 30 microestructurada de cobre descrita y un polímero o resina, el cual puede ser incluido en otros/diversos materiales para otorgarles actividad antibacteriana y/o biocida. De forma

particular, el MasterBatch puede ser utilizado en la conformación de láminas multicapa con actividad antibacteriana y/o biocida.

Antecedentes.

5 Aplicación de sales de cobre y micropartículas de cobre en polímeros y resinas para el control del crecimiento de microorganismos.

La aparición de microorganismos multirresistentes, ha gatillado la búsqueda de nuevos compuestos que sean capaces de combatir la proliferación bacteriana sin la adquisición de resistencia, como es el caso de los agentes utilizados actualmente (Betancourt *et al.*
10 2016).

El desarrollo de la nanotecnología ha permitido la generación de materiales que pueden tener un tamaño dentro del orden de los micrómetros y los nanómetros, materiales que presentan características muy prometedoras como agentes antimicrobianos (Chatterjee *et al.* 2014). Las nano y micro partículas, tienen la capacidad de actuar de manera
15 independiente o como transportadores de otras moléculas, y que, gracias a sus características de tamaño de superficie, volumen y estructura, pueden gatillar respuestas biológicas (Chatterjee *et al.* 2014).

Dentro de los elementos químicos utilizados para conformar nano y micropartículas se encuentra el cobre. Compuestos y complejos de cobre han sido utilizados en
20 formulaciones y productos para la desinfección de líquidos, sólidos y tejidos humanos (Delgado *et al.* 2011).

Diferentes documentos del estado del arte han descrito la incorporación de compuestos de cobre y nano/micropartículas de cobre a materiales sólidos con el objetivo de generar un producto con propiedades antibacterianas y/o biocidas.

25 Para el caso de materiales del tipo textil y fibras, el documento US 8183167 (B1) divulga sustratos de tela unidos covalentemente a nanopartículas de cobre y/o de plata, las que presentan actividad antimicrobiana.

En el documento US 5458906 A se presenta un método para tratar sustratos biodegradables con compuestos antibacterianos, entre ellos, cobre. En US7754625B2 se describe un textil antimicrobiano que comprende una o más fibras naturales o sintéticas o filamentos que tienen asociados a los mismos un agente antimicrobiano, donde dicho agente antimicrobiano comprende una cantidad predominante de una sal de zinc soluble en agua, en combinación con al menos una fuente de iones de plata antimicrobianos y al menos una fuente de iones cobre.

El documento US7169402B2 presenta un material polimérico antimicrobiano y antiviral, que tiene partículas microscópicas de cobre iónico encapsulado en ella que se incluyen en la superficie del producto a conformar.

En el documento CL201300332 (WO2014117286 A1) se divulga una matriz impregnable de origen vegetal, animal o sintética o mezclas en distintas proporciones de las mismas, la que contiene un compuesto antimicrobiano correspondiente a $\text{Cu}_4\text{SO}_4(\text{OH})_6$.

EL documento CL201500921 divulga un material basado en celulosa que incorpora un agente antibacteriano correspondiente a un compuesto de cobre, micropartículas o nanopartículas de cobre mixtas. Se incluye un método para fabricar un material basado en celulosa que incluye etapas de adición de micropartículas o nanopartículas de cobre.

Por su parte, el documento CL 201503652 presenta una película adhesiva traslúcida que presenta actividad antibacteriana protectora de superficies, película adhesiva que comprende nanopartículas de cobre, quitosano, gelatina y glutaraldehído.

Para el caso puntual de la industria alimenticia, se han desarrollado diversos materiales para el empaque de alimentos. Los documentos WO 2014001541 A1, WO 2012127326 A1 y WO 2000053413 A1, describen la generación de materiales poliméricos que contienen partículas de cobre con el fin de ser utilizados como empaque de alimentos con propiedades antibacterianas y/o biocidas. Los materiales provistos en estos documentos incluyen compuestos de cobre o partículas de cobre que incluyen principalmente óxido de cobre.

Si bien existen diversos antecedentes previos referidos a la adición de compuestos de cobre y micropartículas de cobre soportadas sobre distintos tipos de carrier o mezclas de ellas en matrices y materiales poliméricos para otorgar propiedades antibacterianas, las

propuestas varían respecto del estado de oxidación del cobre. El estado de oxidación del cobre influirá en la solubilidad de las especies de cobre, y, por consiguiente, en el comportamiento de liberación de estos desde el material polimérico, además los diferentes carrier usados, tienden a abultar las partículas esenciales.

- 5 En cuanto a materiales antibacterianos y/o biocidas para empaque o envase, se requiere generar una liberación rápida e instantánea en el envasado para inhibir el crecimiento superficial de microorganismos en los alimentos que deterioren estos y están presentes al momento del envasado (Bacterias RAM). Además de una liberación en el mediano tiempo, para inhibir los brotes producidos por el manejo propio de cada operación, cambios de
10 temperatura, almacenamiento, entre otros. Por tanto, en la práctica, se requiere conformar un material que incluya micropartículas de cobre que tengan una solubilidad (Kps) que permita su liberación inmediata, continua y residual en el tiempo, manteniendo concentraciones de cobre que permitan tener un efecto antibacteriano y/o biocida, pero que también, sean concentraciones de cobre que permitan evitar la toxicidad asociada a
15 este compuesto o un exceso de migración a los productos de alimentos en contacto. En otras palabras, se requiere de un material con efecto antibacteriano y/o biocida mejorado a menores concentraciones de cobre.

La composición específica de la micropartícula de la presente invención permite la generación de materiales traslúcidos, una característica importante en el caso de
20 materiales de empaque de alimentos, ya que al no llevar ningún carrier que la soporte y que abulte la partícula le entrega translucidez al material.

En el caso de la presente invención, se propone la producción de una micropartícula de cobre que comprende por 5 tipos de compuestos de cobre, los cuales presentan solubilidades (KPs) diferentes. Por una parte, la presencia de compuestos de sulfato de
25 cobre ($KPS = 4 \times 10^{-36}$), de disociación instantánea en contacto con humedad, un compuesto de cobre de rápida liberación, permitirá producir un efecto antibacteriano y/o biocidas directo e inicial del material que la contenga. Por otra parte, la presencia de compuestos de hidróxido de cobre ($KPS = 2.2 \times 10^{-14}$), un compuesto con menor solubilidad, le otorgará un efecto bactericida y/o biocida sostenido en el tiempo. Esta micropartícula,
30 presenta la ventaja que tiene la capacidad de entregar 5 compuestos diferentes de cobre, con sus cualidades y ventajas propias e intransferibles, las cuales entregaran en un mismo

lugar o espacio físico al momento de ser introducidos en el polímero final o donde estas sean dispuestas, entregando todas las cualidades y ventajas de cada una de los compuestos individuales al mismo tiempo en un mismo lugar y espacio físico, condición indispensable cuando se requieren bajas dosificaciones, para evitar pérdida de translucidez y liberaciones de cobre que podrían traspasar a los productos en contacto, sin deteriorar su eficacia antibacteriana y/o biocida, siendo eficiente en el tiempo, todo en un mismo lugar, en forma homogénea y en contacto con alimentos u otros tipos de productos o superficies donde no se requieren altas tasas de iones cobres libres circulando. Por lo tanto, el efecto antibacteriano y/o biocida de cada uno de los 5 compuestos de cobre se puede proporcionar homogéneamente y a dosis bajas debido a la composición específica de la micropartícula de acuerdo con la presente invención.

Descripción figuras

Figura 1.- Imágenes Microscopía Electrónica de Barrido muestra de micropartículas de cobre de la invención. a) Imagen obtenida a la maximización 10.00 K X; b) Imagen a una maximización de 2.50 K X, c) Imagen a una maximización de 500X y d) Imagen obtenida a una maximización de 100 X.

Figura 2.- Determinación de composición elemental de micropartículas de cobre de la invención por medio de Microscopía Electrónica de Barrido acoplado a detector EDS. En a) se presenta el resultado del mapeo de los elementos que conforman la micropartícula: carbono, oxígeno, azufre y cobre; En b) se presenta la gráfica de composición elemental de las micropartículas de cobre de la invención.

Figura 3.- Patrón de difracción de rayos X muestra micropartícula de cobre de la invención. Donde el difractograma representado por  corresponde a Antlerita $\text{Cu}_3^{+2}(\text{SO}_4)(\text{OH})_4$,  es Brochantita $\text{Cu}_4^{+2}\text{SO}_4(\text{OH})_6$,  corresponde a Calcantita $\text{Cu}^{+2}\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$,  corresponde a Natrocalcita $\text{NaCu}_2^{+2}(\text{SO}_4)_2\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ y  corresponde a Hidróxido de sulfato de cobre hidratado $\text{Cu}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} / 2\text{CuSO}_4 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Descripción detalla de la invención

La presente invención se refiere a una micropartícula de cobre multicompuesta microestructurada que comprende en su conformación 5 tipos diferentes de compuestos de cobre: Antlerita $\text{Cu}_3^{+2}(\text{SO}_4)(\text{OH})_4$, Brochantita $\text{Cu}_4^{+2}\text{SO}_4(\text{OH})_6$, Calcantita $\text{Cu}^{+2}\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, Natrocalcita $\text{NaCu}_2^{+2}(\text{SO}_4)_2\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$, Hidróxido de sulfato de cobre hidratado $\text{Cu}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} / 2\text{CuSO}_4 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, todas regulares y cristalinas en su conformación, que otorga propiedades estructurales ventajosas de la micropartículas. La micropartícula parte del alcance de la invención tiene un tamaño definido de entre 5 y 50 μm , particularmente entre 10 y 40, y más particularmente entre 10 y 15 μm .

La micropartícula descrita es generada mediante un proceso de preparación que comprende las siguientes etapas:

a) Preparar una solución de sulfato de cobre solubilizado en agua destilada en relación 1:10 p/p.

b) Adicionar a la solución obtenida en la etapa a) una disolución de hidróxido de sodio al 10% p/v y agua destilada hasta obtener una solución con un pH de entre 4 a 6.

c) Luego de 24 horas, separar el sobrenadante y el precipitado correspondiente a un gel de hidróxido de cobre;

d) El precipitado en estado de gel obtenido en la etapa c) se emulsiona en una solución de sulfato de cobre en agua destilada preparada en razón de 1:5 p/v;

e) Someter la emulsión obtenida en la etapa d) a un proceso de secado, preferentemente vía *spray drier* a una temperatura de entrada preferentemente de entre 220°C y 280°C y de salida de preferentemente de entre 80°C y 100°C.

Al realizar la etapa d), utilizando un secado del tipo *spray drier*, con las temperaturas en los rangos indicados, se logran micropartículas donde cada una de ellas contiene 5 tipos diferentes de compuestos de cobre: Antlerita $\text{Cu}_3^{+2}(\text{SO}_4)(\text{OH})_4$, Brochantita $\text{Cu}_4^{+2}\text{SO}_4(\text{OH})_6$, Calcantita $\text{Cu}^{+2}\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, Natrocalcita $\text{NaCu}_2^{+2}(\text{SO}_4)_2\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$, Hidróxido de sulfato de cobre hidratado $\text{Cu}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} / 2\text{CuSO}_4 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, sin que ello se pueda comparar con una mezcla de componentes ni con un aglomerado de ellos, si no

por el contrario una única micropartícula microestructurada que comprende los 5 compuestos.

Como parte del alcance de la invención se incluye una composición polimérica concentrada para su uso en la industria del plástico u otros materiales (denominado MasterBatch) que comprende la micropartícula de cobre descrita y un polímero o resina, el cual puede ser incluido en materiales para otorgarles actividad antibacteriana y/o biocida. De forma particular y no excluyente, el MasterBatch puede ser utilizado en la conformación de láminas multicapa con actividad antibacteriana y/o biocida.

El problema técnico que desea resolver la presente invención es proveer un nuevo tipo de micropartícula que comprende 5 especies de cobre, cuya composición regular, cristalina y microestructurada permita una liberación controlada de iones de cobre que le otorguen propiedades antibacterianas y/o biocidas. La cinética de liberación diferencial de los 5 compuestos diferentes de cobre incluidas en la micropartícula, permiten un primer efecto antibacteriana y/o biocida de contacto y un efecto antibacteriano y/o biocida sostenido en el tiempo gracias a la liberación secundaria y posterior de otras especies de cobre presente en esta. Por otro lado, la micropartícula de cobre con estas características podrá formar parte de una composición polimérica concentrada o MasterBatch que es posible incorporar durante el proceso de extrusión a los fundidos de polímeros formadores de moldes rígidos, fibras, filamentos y láminas, esto con el objetivo de generar una película, lámina o estructura que incorpore la micropartícula y que presenta actividad antibacteriana y/o biocida con las características y ventajas técnicas ya descritas.

También esta micropartícula estructura podrá ser usada en forma directa o en mezcla para producir efecto antibacteriano y/o biocida en aquellos lugares donde sea dispuesta.

La disposición puntual de las 5 especies de cobre como parte de una misma micropartícula presenta ventajas técnicas importantes en cuanto a su grado de disociación y liberación. Adicionalmente, la adición de esta micropartícula de cobre que comprende esta composición múltiple, mejora la dispersión de las micropartículas, ya que en todos los lugares donde esté la partícula de cobre existirá la misma proporción de Antlerita $\text{Cu}_3^{+2}(\text{SO}_4)(\text{OH})_4$, Brochantita $\text{Cu}_4^{+2}\text{SO}_4(\text{OH})_6$, Calcantita $\text{Cu}^{+2}\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, Natrocalcita $\text{NaCu}_2^{+2}(\text{SO}_4)_2\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$, Hidróxido de sulfato de cobre hidratado $\text{Cu}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} / 2\text{CuSO}_4 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, lo que permite lograr una actividad

antibacteriana y/o biocida con dosificaciones ventajosamente muy pequeñas y con una distribución homogénea de las 5 especies, que además ayudaran a la translucidez de los materiales donde se incorporan, por ejemplo, empaques, laminas recubridoras o moldes rígidos, entre otros. Adicionalmente, todos los compuestos que conforman la micropartícula se encuentran en forma cristalina, manteniendo una estructura ordenada no amorfa que permite definir una estructura general específica con propiedades particulares.

Se provee también el uso de la micropartícula de cobre y de una composición polimérica concentrada (Masterbach) por ser útiles en la elaboración de materiales con actividad antibacteriana y/o biocida de contacto y efecto sostenido. La disposición a microestructura de los componentes que comprende la micropartícula permite que cuando el material entra en contacto con bacterias y/o agente patológico, éste se encuentre en contacto directo con los compuestos de cobre de forma simultánea, ejerciendo un efecto antibacteriano y/o biocida inmediato de contacto. Debido también a la presencia de 5 compuestos diferentes de cobre, con solubilidades y/o disociaciones distintas, permite que exista un efecto sostenido de la actividad antibacteriana y/o biocida de la micropartícula divulgada.

Cuando en la presente invención se señala que el material presenta “actividad biocida” significa que la micropartícula es capaz de inhibir el desarrollo y crecimiento de bacterias y hongos.

Cuando se hace referencia a que el material presenta “actividad antibacteriana” significa que la micropartícula inhibe o impide el crecimiento de bacterias.

En la presente invención cuando se hace referencia al término “microestructurada” significa que el material, en este caso la micropartícula, consiste en un conjunto de fases o componentes que lo conforman. En el área de ciencia de los materiales se señala que la microestructura de un material es determinante de sus propiedades.

Cuando se hace referencia al término “multicompuesta” significa que la micropartícula comprende al mismo tiempo un grupo determinado de diferentes compuestos.

Cuando se hace referencia a Masterbach, se refiere a una composición polimérica concentrada que comprende una pre-mezcla de los elementos a conformar el material a producir.

Los materiales parte del alcance de la invención pueden corresponder, sin limitarse a un polímero o resina la que corresponde sin limitarse a polipropileno (PP), polietileno (PE), tereftalato de polietileno (PET), etilvinilacetato (goma eva), poliestireno (PS), caucho estireno-butadieno (SBR), Policloruro de vinilo (PVC), Politetrafluoroetileno (PTFE),
 5 Metacrilato (PMMA), Poliester, Poliamida alifáticas, Politereftlamidas, Aramidas (aromatic polyamides), Poliuretanos rígidos y flexibles, silicona, entre otros.

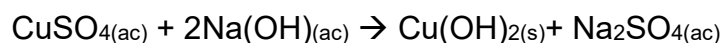
En una de las formas de la invención, la micropartícula puede comprender además otros compuestos metálicos y no metálicos que tengan acción antibacteriana. Entre estos
 10 compuestos se incluyen, sin limitarse, compuestos de zinc, compuestos de plomo, compuestos de cadmio, compuestos de plata, entre otros.

Los ejemplos de aplicación presentados a continuación ilustran una forma de la presente invención, sin limitarse su alcance.

15 **Ejemplos de aplicación**

Ejemplo 1: Producción de micropartícula de cobre

El hidróxido de cobre que conforma las micropartículas se logra alcalinizando una solución de sulfato de cobre, que contiene 100 g/L de sulfato de cobre pentahidratado, donde se debe obtener una solución totalmente soluble. Luego es necesario diluir hidróxido de sodio
 20 u otro álcali con base OH, al 10 % en agua, esta solución es agregada de manera lenta y con agitación a la solución preparada de sulfato de cobre, hasta alcanzar un pH entre 4 a 6, en donde se produce la siguiente reacción:



La reacción genera en la solución un precipitado de hidróxido de cobre en estado de gel y
 25 el sobrenadante es retirado luego de 24 horas.

El precipitado resultante, el cual contiene hidróxido de cobre, es emulsionado en una solución de sulfato de cobre que está en una razón de 1:5. Esta suspensión que contiene una fase iónica solubilizada de sulfato de cobre y otra en forma de gel como es el

hidróxido de cobre es sometido a un proceso de secado vía *spray drier* a una temperatura de entrada de entre 220 y 280°C y de salida de 80°C a 100°C.

Ejemplo 2: Caracterización micropartícula de cobre

Para caracterizar la estructura, tamaño y distribución de las micropartículas de cobre generadas por medio del protocolo descrito en el ejemplo 1, se realizó análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus en inglés).

El análisis SEM se realizó en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), marca Zeiss, modelo EVO MA 10, utilizando el modo EDS con el detector Penta FET Precision, Oxford Instruments X-act. Este análisis consistió en la visualización de muestras representativas del polvo de micropartículas de cobre (sólido) y la selección de una zona representativa para determinar la composición elemental de la micropartícula.

A partir de las imágenes de SEM en distintas magnificaciones se observó que la partícula tiene una forma esférica regular y una distribución de tamaño heterogénea (figura 1 a-d). Por medio del detector EDS acoplado al microscopio se determinó la composición elemental de la micropartícula, estableciéndose que ésta se encuentra compuesta por los elementos cobre, azufre y oxígeno (figura 2 a-d).

Respecto del tamaño de las partículas, se evaluaron cuatro zonas representativas independientes de las imágenes tomadas a dos muestras independientes de las partículas. Se determinó que las partículas tienen un tamaño micrométrico de entre 7-22 micrómetros (ver tabla 1).

Tabla 1.- Tamaño representativo partículas de cobre

	Muestra MB-1 (μm)	Muestra MB-2 (μm)
Medida 1	10,52	7,480
Medida 2	19,44	10,88
Medida 3	7,61	21,94
Medida 4	7,363	13,61
Promedio	11,23	13,48

Para determinar la composición química específica de la micropartícula y determinar los estados de oxidación de las especies de cobre contenidas, se realizó un análisis de difracción de rayos X. A partir de este análisis se obtuvo un patrón de difracción de rayos X determinado por la presencia de diversos compuestos (figura 3).

- 5 Para definir los compuestos presentes en la micropartícula, se revisó la base de datos PDF-2 de polvo cristalino y se comparó con el patrón obtenido. Se determinó que la micropartícula de la invención se compone de 5 tipos de compuestos de cobre: Antlerita, Brochantita, Calcantita, Natrocalcita e Hidróxido de sulfato de cobre hidratado (tabla 2).

Tabla 2.- Composición química micropartícula de cobre

Nombre compuesto	Estructura química
Antlerita	$\text{Cu}_3^{+2}(\text{SO}_4)(\text{OH})_4$
Brochantita	$\text{Cu}_4^{+2}\text{SO}_4(\text{OH})_6$
Calcantita	$\text{Cu}^{+2}\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Natrocalcita	$\text{NaCu}_2^{+2}(\text{SO}_4)_2\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$
Hidróxido de sulfato de cobre hidratado	$\text{Cu}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} / 2\text{CuSO}_4 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

10

Ejemplo 3: Elaboración del Masterbatch. Adición de las micropartículas de cobre en láminas multicapas de polímero.

- 15 La micropartícula descrita en el ejemplo 2 pueden ser incluida en diferentes materiales poliméricos y resinas para conformar fibras y láminas multicapas. En este ejemplo se describe el protocolo de preparación de la composición polimérica concentrada (masterbach) y las condiciones para su inclusión en resinas y polímeros.

a) Preparación composición polimérica concentrada (masterbach)

- 20 Para preparar el masterbach se realiza una premezcla del material polimérico y la micropartícula. Para esto, la resina o material polimérico es sometido a pulverización en un molino y luego mezclada en frío con la micropartícula.

La premezcla es fundida a temperaturas de entre 120 a 250°C (dependiendo del tipo de resina o polímero: Polipropileno (PP), PL (polietileno), PET, Goma eva), y pasada por una extrusora de pellets, lo que da como resultado un pellet denominado MasterBatch.

- b) Inclusión del MasterBatch en el proceso de extrusión de fundidos de polímero para conformar un material multicapas.

El MasterBatch puede ser adicionado al proceso de extrusión de los fundidos de polímeros formadores de polímeros rígidos o flexibles como fibras, filamentos y láminas. Las láminas que se generan a partir de este procedimiento, pueden corresponder a estructuras de multicapas, donde cada lámina tiene un grosor de entre 5 a 120 μm , más específicamente de entre 5 a 30 μm c/u, es decir, es posible conformar un material final que puede contener 2, 3 e incluso 5 de estas capas de resinas poliméricas como PE, PA, PP y/o PET.

Ejemplo 4: Efecto antibacteriano y/o biocida del material multicapa polimérico con micropartícula de cobre Microestructurada.

Para evaluar el efecto antimicrobiano y/o biocida del material multicapas con micropartículas de cobre microestructurada, se realizó un ensayo consistente en la adición de un cultivo bacteriano previamente crecido sobre la superficie del material multicapa compuestos por diferentes polímeros. Se evaluó el efecto antibacteriano y/o biocida sobre *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus*.

El material multicapas fue incubado por 24 horas a la temperatura necesaria para el crecimiento de bacterias. Pasado el tiempo de incubación, se realizó el conteo de unidades formadoras de colonias sobre el material, siendo este comparado con un material que no contenía micropartículas de cobre. Se ensayaron dos tipos de lámina dependiendo del tipo de polímero adicionado en el MasterBatch: 1) lámina de polipropileno y micropartículas de cobre (2% p/p adicionado en un Masterbatch) y 2) lámina compuesta por etilvinilacetato (goma eva) con micropartículas de cobre Microestructurado adicionada en un Masterbatch.

Los resultados indican que cuando se compara el recuento de unidades formadoras de colonia (UFC) de la lámina de polipropileno y micropartículas de cobre microestructuradas (2% p/p adicionado en un Masterbatch) respecto de la lámina control que no incluye los componentes del MasterBatch, la lámina con micropartículas de cobre presenta una

reducción del 99% de la cantidad de UFC, disminuyendo en 3 órdenes de magnitud el recuento bacteriano (tabla 3). Para el caso de la lámina compuesta por etilvinilacetato (goma eva) y micropartículas de cobre, se observó un fenómeno equivalente, evidenciándose una disminución del recuento de UFC de las bacterias ensayadas en la

5 lámina que comprende el MasterBatch, respecto del material control (tabla 4).

Tabla 3. Recuento de unidades formadoras de colonias en lámina de polipropileno y micropartículas de cobre (2% p/p).

Cepa indicadora	<i>Escherichia coli</i> (UFC)		<i>Staphylococcus aureus</i> (UFC)	
	0 hrs	24 hrs	0 hrs	24 hrs
Material control	$1,6 \times 10^5$	$1,6 \times 10^5$	$3,6 \times 10^5$	$3,6 \times 10^5$
Lámina polipropileno 2% Cobre Masterbach	----	$2,7 \times 10^2$	----	$4,3 \times 10^2$
% Reducción	----	>99%	----	>99%

Tabla 4.- Recuento de unidades formadoras de colonias en lámina compuesta por

10 etilvinilacetato (goma eva) y micropartículas de cobre.

Cepa indicadora	<i>Escherichia coli</i> (UFC)		<i>Staphylococcus aureus</i> (UFC)	
	0 hrs	24 hrs	0 hrs	24 hrs
Material control	$8,9 \times 10^5$	$3,3 \times 10^6$	$5,0 \times 10^5$	$6,9 \times 10^7$
Goma eva	----	$2,5 \times 10^2$	----	$5,6 \times 10^4$
% Reducción	----	>99%	----	>99%