



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102017023891-1 A2



(22) Data do Depósito: 07/11/2017

(43) Data da Publicação Nacional: 04/06/2019

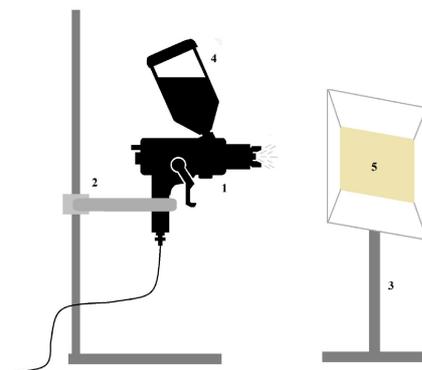
(54) **Título:** PROCESSO DE BIOATIVAÇÃO DE TECIDO COM ATIVIDADE ANTIBACTERIANA USANDO QUITOSANA E NANOPARTÍCULAS DE PRATA APLICADAS VIA SPRAY

(51) **Int. Cl.:** D06M 11/83; D06M 13/513; D06M 15/03.

(71) **Depositante(es):** UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ; UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ; UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ.

(72) **Inventor(es):** PEDRO AUGUSTO ARROYO; DAYANE SAMARA DE CARVALHO; MURILO PEREIRA MOISÉS; CELSO VATARU NAKAMURA; DANIELLE LAZARIN BIDÓIA; HELTON JOSÉ ALVES.

(57) **Resumo:** O invento apresentado se trata de um processo para aplicar e sintetizar nanopartículas de prata em materiais têxteis tendo como objetivo conferir ao tecido atividade antibacteriana, o qual pode ser aplicado em tecidos destinados a confecção de artigos na área médica e esportiva. O processo consiste em aplicar sobre o tecido, utilizando equipamento spray, uma solução de um sal de prata e quitosana. O tecido impregnado é então exposto a radiação ultravioleta, a fim de formar nanopartículas de prata sendo que a quitosana atua como estabilizador, formando um filme uniforme sobre o tecido. Visto que a maioria dos processos visa a síntese de nanopartículas e posterior aplicação das mesmas no material têxtil, este processo minimiza o tempo de processo devido a aplicação e síntese serem realizadas em uma única etapa. Além disso, o processo de acabamento é comumente aplicado pela técnica de imersão que gera elevada quantidade de efluentes, o que não acontece com a técnica de aplicação por spray. Vale ressaltar que a técnica de spray já é disponível no mercado e permite fácil aplicação em grande escala.



**PROCESSO DE BIOATIVAÇÃO DE TECIDO COM ATIVIDADE
ANTIBACTERIANA USANDO QUITOSANA E NANOPARTÍCULAS DE
PRATA APLICADAS VIA SPRAY**

[001] INTRODUÇÃO

[002] Campo da Invenção

[003] Esta invenção está inserida no campo da engenharia têxtil, visto que o processo apresentado neste invento confere atividade antibacteriana para substratos têxteis usando como precursores químicos a quitosana e nanopartículas de prata aplicados via spray. Este processo é inovador, pois não existem proteções tecnológicas versando sobre as informações já expostas e ainda, exhibe grande potencial para aplicação em grande escala devido ao baixo custo e facilidade de operação do spray bem como a fabricação de filmes de quitosana e nanopartículas de prata em apenas uma etapa.

[004] Finalidade e Aplicação

[005] A presente invenção refere-se a um processo de acabamento têxtil cuja a finalidade é conferir a materiais têxteis atividade antibacteriana utilizando quitosana e nanopartículas de prata, os quais são aplicados utilizando spray. O produto obtido a partir do processo de aplicação proposto pode ser utilizado em diferentes materiais cuja aplicação final tenha como requisito a atividade antibacteriana como, por exemplos, tecidos esportivos, curativos, filtros de água, produtos têxteis, têxteis hospitalares, textéis técnicos.

[006] Estado da técnica

[007] O controle microbiológico de substratos têxteis é de extrema relevância comercial/industrial devido a sua contribuição para gerenciamento de vários problemas de saúde pública. Atualmente, existem várias proteções intelectuais sobre o tema acima exposto, dentre eles:

[008] A patente PI 0316608-2 refere-se a uma aplicação tópica de um tratamento à base de íons de prata em tecidos, portanto, não há utilização de nanopartículas de prata e sim aditivos com íons de prata, o que pode resultar em uma atividade antibacteriana ineficiente. A presente invenção utiliza um

equipamento spray para aplicar a solução no tecido e realizar a síntese de nanopartículas de prata, utilizando quitosana, sendo que os processos de síntese das nanopartículas de prata e de aplicação no tecido é realizado em uma etapa. Assim, podemos destacar inúmeras vantagens deste invento, como: a aplicação e fabricação de nanopartículas de prata em uma única etapa utilizando equipamento spray para aplicação que permite uma distribuição homogênea no tecido; redução do custo com materiais e tempo de processo de aplicação de acabamento têxtil bioativo; e disponibilidade da técnica de aplicação utilizada, visto que o spray está disponível na área têxtil e há fácil aplicação em grande escala.

[009] O documento de patente BR 102013017035-6 propõe a síntese de nanopartículas e posterior aplicação no tecido por meio da imersão de um tecido na solução de nanopartículas previamente sintetizadas, o que pode gerar uma quantidade elevada de resíduos ambientais devido o método de aplicação. Já a nossa proposta é realizar a síntese e aplicação do acabamento simultaneamente por meio de equipamento spray. Vale ressaltar que a nossa proposta também utiliza a quitosana durante o processo de síntese de nanopartículas, que é um produto biocompatível e auxilia na estabilidade das nanopartículas. Assim, podemos destacar inúmeras vantagens deste invento, como: aplicação e fabricação de nanopartículas de prata em uma única etapa, a qual é realizada utilizando equipamento spray que permite boa distribuição das nanopartículas além de economia no processo por utilizar uma pequena quantidade de produtos e gerar uma quantidade de resíduos menor quando comparado com o processo de imersão.

[0010] O documento de patente BR102013006188-3 propõe a utilização de nitrato de prata, portanto não utiliza nanopartículas de prata, o que pode resultar em uma atividade antibacteriana ineficiente. A presente invenção tem como proposta sintetizar e aplicar as nanopartículas em uma única etapa, diminuindo custo do processo, o que não é proposto no documento existente. Desta forma, é possível destacar inúmeras vantagens deste invento, como: aplicação e síntese de nanopartículas de prata em uma única etapa, a qual é

realizada utilizando o equipamento spray, redução do custo com materiais e tempo de processo de aplicação de acabamento têxtil bioativo e disponibilidade da técnica de aplicação utilizada, visto que o spray está disponível na área têxtil e há fácil aplicação em grande escala.

[0011] O documento de patente PI1106570-2 trata da aplicação do composto metal/polímero por meio de imersão do tecido na solução com posterior eliminação da quantidade excedente de solução do tecido, o que pode gerar uma elevada utilização de produtos para realizar a aplicação no tecido, gerando elevado custo com materiais e gerando maior quantidade de resíduos a serem tratados. Nós propomos o uso de equipamento spray para aplicar a solução no tecido. Além disso, a proposta também é realizar a síntese das nanopartículas de prata e aplicação no tecido em uma única etapa, diferente da proposta existente. Assim, podemos destacar inúmeras vantagens deste invento, como: aplicação e fabricação das nanopartículas de prata em uma única etapa a partir de equipamento spray que permite redução de custo com materiais e também diminui o tempo de processo, disponibilidade da técnica na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em larga escala.

[0012] O documento de patente MU9001117-1 propõe a impregnação de nanopartículas de prata em tecidos enquanto que nossa proposta é realizar a síntese de nanopartículas de prata utilizando nitrato de prata e quitosana e aplicar o acabamento no tecido por meio da técnica de spray, sendo que a síntese e aplicação das nanopartículas é realizada em uma única etapa. A tecnologia de aplicação por spray utiliza uma menor quantidade de produtos para realizar a aplicação, o que permite reduzir os custos com materiais e com tratamento de efluente devido a geração de resíduos. Desta forma, podemos destacar as seguintes vantagens deste invento: aplicação e fabricação das nanopartículas de prata em uma única etapa a partir de equipamento spray que possibilita gerar uma menor quantidade de resíduos e, conseqüentemente, menor custo com tratamento de efluente, disponibilidade da técnica de aplicação em grande escala.

[0013] O documento de patente BR102015015357-0 refere-se à funcionalização de nanopartículas de prata para diferentes aplicações o que pode acarretar problemas durante o processo de aplicação em tecidos, por não se conhecer a estabilidade das nanopartículas para o processamento têxtil. Além disso, a aplicação no tecido tem que ser realizada após a funcionalização das nanopartículas. Entretanto, a presente proposta é realizar síntese de nanopartículas de prata utilizando nitrato de prata e quitosana, sendo que esta síntese é realizada em uma única etapa, especificamente para acabamento em têxteis. Assim, pode-se destacar inúmeras vantagens deste invento, como: aplicação e síntese de nanopartículas de prata em uma única etapa, a qual é realizada utilizando equipamento spray, especificamente para materiais têxteis; disponibilidade da técnica de aplicação na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em grande escala.

[0014] O documento de patente PI0704113-6 propõe um composto copolímero contendo prata para tratar tecidos, o qual não é formado por nanopartículas, e que deverá ser aplicado ao tecido após a produção de tal composto. A atual proposta é sintetizar nanopartículas de prata, a qual é realizada utilizando a quitosana, sendo que a síntese e a aplicação das nanopartícula no tecido é realizada em uma única etapa. Desta forma, podemos destacar as seguintes vantagens deste invento: realização da síntese de nanopartículas bem como a aplicação das mesmas em uma única etapa utilizando o equipamento spray. Com esse tipo de aplicação ocorre uma economia de produtos utilizados bem como distribuição uniforme no tecido. Além disso, a aplicação de acabamento por spray é uma técnica disponível na área têxtil e que permite fácil aplicação em grande escala.

[0015] O documento de patente PI 0605681-4 propõe a síntese de nanopartículas de prata com redução com extrato extracelular de fungos enquanto que a nossa proposta é sintetizar nanopartículas de prata, com quitosana como agente estabilizador, sendo que a redução das nanopartículas é realizada por luz ultravioleta. Além disso, a síntese das nanopartículas e aplicação no tecido é realizada em uma única etapa, o que não é proposto na

invenção existente. Assim, pode-se citar inúmeras vantagens deste invento, como: síntese das nanopartículas e aplicação no tecido em uma única etapa utilizando equipamento spray, que permite redução de materiais utilizados, menor tempo de processo e redução do efluente gerado; disponibilidade da técnica de aplicação por spray na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em grande escala.

[0016] O documento de patente PI 0515916-4 refere-se à aplicação tópica de um acabamento antimicrobiano a base de prata em substrato têxtil. Assim, a fabricação do composto e aplicação no tecido não são realizados de forma simultânea, podendo haver maior consumo de produtos e maior tempo de processo de aplicação. Nossa proposta é utilizar um equipamento spray para aplicar o acabamento antibacteriano a base de nanopartículas de prata sintetizadas com quitosana. A síntese de nanopartículas e aplicação no tecido é realizada em uma única etapa. Assim, pode-se destacar diferentes vantagens deste invento, como: síntese de nanopartículas de prata e aplicação no tecido em uma única etapa utilizando o equipamento spray, disponibilidade da técnica de aplicação por spray na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em grande escala, redução de tempo de processo devido a síntese e aplicação simultânea no tecido, assim como menor quantidade de efluentes gerados.

[0017] O documento de patente PI0609129-6 se refere à produção de um composto multicamadas, sendo que a camada que fica em contato com a pele é composta por substância antibacteriana que pode ser prata, quitosana ou outra substância ativa. Nossa proposta é sintetizar nanopartículas de prata com quitosana em uma única etapa em substrato têxtil, sendo que a aplicação das nanopartículas é realizada por spray. Assim, devido a proposta existente no documento acima se tratar de prata e quitosana ao invés de nanopartículas, pode ser que o produto apresente menor eficiência frente às bactérias. Desta forma, pode-se destacar inúmeras vantagens deste invento ora proposto, como: síntese de nanopartículas de prata e aplicação no tecido em uma única etapa utilizando o equipamento spray. A técnica de aplicação por spray é disponível na indústria têxtil e permite fácil aplicação em grande escala.

[0018] O documento de patente PI0903813-2 propõe a produção de uma vestimenta para proteção do profissional da saúde, sendo que são implantadas nanopartículas de prata nos fios do tecido. Nossa proposta é sintetizar nanopartículas de prata com quitosana na superfície de um substrato têxtil, em uma única etapa, sendo que este tecido pode ser utilizado para diferentes finalidades que requerem inibição bacteriana. Contudo, devido a proposta contida no documento existente não se tratar de uma metodologia em uma única etapa, o tempo de processo pode ser maior. Além disso, a finalidade do produto é somente para proteção do profissional da saúde. Assim, podemos citar diferentes vantagens deste invento, como: síntese de nanopartículas de prata e aplicação no tecido em uma única etapa utilizando o equipamento spray. A técnica de aplicação por spray é disponível na indústria têxtil e permite fácil aplicação em grande escala.

[0019] A invenção constante do documento de patente CN105908368 refere-se à produção de um não tecido antibacteriano que é obtido a partir nanofios de prata incorporados em nanofibras compostas com quitosana. Assim, por se tratar da produção de um não tecido, o processo não tem versatilidade para ser utilizado em outros tipos de substratos têxteis. Nossa proposta é sintetizar e aplicar nanopartículas de prata com quitosana em substrato têxtil em uma única etapa. Desta forma, podemos citar diferentes vantagens deste invento, como: síntese e aplicação de nanopartículas de prata com quitosana em uma única etapa, o que permite a aplicação de acabamento antibacteriano em tecidos com diferentes aplicações, disponibilidade da técnica de aplicação por spray na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em grande escala.

[0020] O documento de patente CN205459359 trata da produção de um curativo, cuja estrutura é um não tecido, obtido a partir de fibra de carbono com prata e quitosana. Por se tratar da obtenção de um não tecido, o tipo de acabamento desejado não é passível de ser aplicado, pela mesma metodologia proposta, em outros tipos de substratos têxteis. Além disso, não é proposto a utilização de nanopartículas de prata, o que pode tornar o acabamento ineficiente. Entretanto, nossa proposta é realizar a síntese e aplicação de

nanopartículas de prata com quitosana, em uma única etapa, em substrato têxtil. Dentre as vantagens referentes a este invento tem-se: síntese e aplicação de nanopartículas de prata com quitosana em uma única etapa, o que permite a aplicação de acabamento antibacteriano em tecidos com diferentes aplicações; aplicação do acabamento pela técnica de spray, a qual já é disponível na indústria têxtil e permite fácil aplicação em grande escala.

[0021] O documento de patente CN105603638 propõe a invenção de um não tecido antibacteriano cuja a composição do agente antibacteriano compreende íons de prata, pseudoginseng e quitosana. Além da proposta não utilizar nanopartículas de prata, a mesma é aplicada somente a não tecidos, não podendo ser utilizada para produzir um acabamento antibacteriano para outros tipos de tecidos têxteis. Entretanto, a nossa proposta é realizar a síntese de nanopartículas de prata e aplicação no tecido por meio de spray, sendo que essas duas operações são realizadas em uma única etapa. Além disso, o processo de aplicação pode ser realizado para qualquer tipo de tecido. Assim, entre as diversas vantagens deste invento, podemos citar: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa utilizando equipamento spray, o qual já se encontra disponível na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em grande escala.

[0022] O documento de patente CN105536034 propõe a invenção de um não tecido médico, sendo que o processo consiste em preparar o agente antibacteriano, seguido da obtenção da fibra antibacteriana para então produzir o não tecido. Devido os processos serem realizados separadamente, há um elevado tempo de processo para obter o produto final. Além disso, o processo não permite que o mesmo seja estendido para demais tipos de tecidos. Contudo, nossa proposta é produzir o agente antibacteriano a partir da síntese de nanopartículas de prata e aplica-las no tecido, sendo que o processo de síntese e aplicação é realizado em uma única etapa, o que garante maior rapidez no processo, sendo que o mesmo pode ser aplicado em não tecido. Dentre as vantagens deste invento pode-se citar: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa utilizando equipamento spray, o

que permite redução de tempo de processo e de materiais utilizados, além de diminuir a quantidade de resíduos gerados; disponibilidade da técnica de aplicação por spray na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em grande escala.

[0023] O documento de patente CN105500791 refere-se à invenção de um não-tecido antibacteriano fabricado a partir de diferentes fibras, entre elas, uma com agente antibacteriano composto de íons de prata e quitosana. Além do fato da funcionalidade do tecido não incluir nanopartículas de prata, a metodologia proposta não se estende para diferentes tipos de tecidos. Entretanto, nossa proposta é aplicar um acabamento antibacteriano em substrato têxtil composto por nanopartículas, sintetizadas com nitrato de prata e quitosana. A síntese e a aplicação são realizadas em uma única etapa. Assim, pode-se citar inúmeras vantagens deste invento, como: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa utilizando equipamento spray, o qual já é disponível na indústria têxtil e permite fácil aplicação em grande escala.

[0024] O documento de patente CN105437701 propõe a obtenção de um não-tecido antibacteriano, com a prévia produção do agente antibacteriano com íons de prata e quitosana, para então formar a fibra e produzir o não-tecido. Além do processo não utilizar nanopartículas de prata, a metodologia é proposta especificamente para não-tecido. Entretanto, nossa proposta é produzir um agente antibacteriano composto de nanopartículas de prata, sendo que a síntese e aplicação deste agente é realizado em uma única etapa, reduzindo o tempo de processo. Pode-se citar diversas vantagens deste invento, entre elas: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa utilizando equipamento spray, o que permite menor tempo de processo e, também, redução de gastos de materiais e tempo de processo; disponibilidade da técnica de aplicação por spray na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em grande escala

[0025] A invenção contante do documento de patente CN105107008(A) propõe a utilização de nanopartículas de prata, a qual é misturada em quitosana, para então realizar

o revestimento no tecido. Devido a metodologia de aplicação do acabamento, pode ocorrer elevado consumo de materiais de acabamento. Entretanto, nossa proposta é realizar a aplicação e síntese de nanopartículas de prata com quitosana em uma única etapa utilizando a técnica de spray. Entre as vantagens do invento tem-se: aplicação e síntese de nanopartículas de prata com quitosana por spray, que permite uma distribuição uniforme do acabamento, além de permitir ter uma reduzida quantidade de resíduos gerados; disponibilidade da técnica de aplicação por spray na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em grande escala.

[0026] O documento de patente CN104225668 refere-se à produção de um agente antibacteriano e posterior aplicação no tecido. Devido se tratar da fabricação do composto e posterior aplicação, pode-se exigir maior tempo do processo e, conseqüentemente, maior custo. Nossa proposta é aplicar um agente antibacteriano em um tecido, sendo que a síntese e a aplicação do mesmo serão realizadas em uma única etapa. Além disso, a aplicação é realizada por um equipamento spray. Assim, pode-se citar inúmeras vantagens deste invento, entre elas: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa usando a quitosana como agente estabilizante; aplicação do acabamento pela técnica que spray, a qual já existe na indústria têxtil e é de fácil aplicação em grande escala. Além disso, por se tratar de síntese e aplicação simultânea no tecido, pode ter redução de tempo de processo.

[0027] O documento de patente CN102688520 propõe a aplicação de um filme a base de quitosana e prata nanométrica a fim de produzir curativos cirúrgicos. Essa metodologia não pode ser aplicada em diferentes tipos de substratos têxteis. Entretanto, nossa proposta é realizar a síntese de nanopartículas de prata, utilizando a quitosana como agente estabilizador das mesmas, além de realizar a aplicação do acabamento no tecido. Vale ressaltar que a aplicação e a síntese das nanopartículas serão realizadas em uma única etapa e utilizando um equipamento spray. Dentre as inúmeras vantagens deste invento, pode-se citar: a utilização de um equipamento spray permite distribuição uniforme do acabamento, podendo ser utilizado para aplicar o acabamento em qualquer tipo

de tecido; realização da síntese e aplicação das nanopartículas no tecido será realizada em uma única etapa gerando menor custo e tempo de processo; disponibilidade da técnica de aplicação por spray na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em grande escala.

[0028] O documento de patente CN105133300 se refere à síntese de nanopartículas de prata, seguida da aplicação das mesmas na superfície do tecido. Assim, como o processo consiste em realizar a síntese e depois a aplicação, o tempo de processo é relativamente maior do que o processo em uma única etapa. Contudo, nossa proposta é realizar a síntese e aplicação das nanopartículas de prata-quitosana no tecido em uma única etapa, utilizando equipamento spray. Dentre as inúmeras vantagens deste invento pode-se citar: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa usando a quitosana como agente estabilizante e aplicação do acabamento pela técnica por spray, a qual já existe na indústria têxtil e é de fácil aplicação em grande escala.

[0029] A invenção apresentada no documento de patente CN104695209 propõe a aplicação de nanopartículas de prata e de titânio, por meio da pulverização catódica. Entretanto, devido a proposta se tratar da aplicação das nanopartículas, pode haver aumento de custo devido ser necessário produzir e/ou comprar as nanopartículas previamente. Assim, nossa proposta é sintetizar e aplicar nanopartículas de prata, utilizando quitosana como estabilizador, em uma única etapa, por meio da técnica de spray. Dentre as inúmeras vantagens deste invento, temos: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa usando a quitosana como agente estabilizante e aplicação do acabamento pela técnica que spray, a qual já existe na indústria têxtil e é de fácil aplicação em grande escala.

[0030] O documento de patente KR20080044474 se refere à produção de uma resina de poliéster com nanopartículas de prata. No entanto, como a proposta é utilizar as nanopartículas de prata na resina, é necessária a fabricação ou compra das nanopartículas previamente o que pode encarecer o processo. Assim, nossa proposta é realizar a síntese e aplicação de nanopartículas de

prata em uma única etapa em substrato têxtil. Dentre as vantagens deste invento, podemos citar: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa utilizando equipamento spray. A técnica de aplicação por spray é disponível na indústria têxtil e permite fácil aplicação em grande escala.

[0031] O documento de patente CN1475613 propõe a fabricação de um não-tecido para ser utilizado como material filtrante, composto de fibra de polipropileno e nanopartículas de prata. No entanto, a metodologia proposta se aplica somente para não-tecidos, não podendo ser utilizados em outros tipos de tecidos cuja finalidade é obter um acabamento antibacteriano. Desta forma, nossa proposta é realizar a síntese e aplicação de nanopartículas de prata em substrato têxtil em uma única etapa, utilizando equipamento spray. Dentre as vantagens deste invento, tem-se: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa utilizando equipamento spray. A técnica de aplicação por spray é disponível na indústria têxtil e permite fácil aplicação em grande escala.

[0032] O documento de patente KR20110089686 se refere a aplicação de nanopartículas de prata que contém quitosana em uma malha visando o tingimento do tecido. No entanto, neste invento é necessária a fabricação prévia das nanopartículas para posterior aplicação no tecido, o que pode elevar o tempo de processo. Assim, nossa proposta é realizar a síntese e aplicação de nanopartículas de prata, utilizando a quitosana como estabilizador, em um substrato têxtil. Além disso o processo é realizado em uma única etapa e utilizando equipamento spray com a finalidade de obter um tecido antibacteriano. Dentre as inúmeras vantagens deste invento podemos destacar: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa usando a quitosana como agente estabilizante e aplicação do acabamento pela técnica por spray, a qual já existe na indústria têxtil e é de fácil aplicação em grande escala.

[0033] A invenção apresentada no documento de patente CN105177995 propõe a síntese de nanopartículas de prata em tecido de algodão, por meio da aplicação de uma solução contendo íons de prata e redução por luz ultravioleta,

sendo que a aplicação é realizada pela técnica de espuma. Contudo, devido o processo não utilizar a quitosana como agente estabilizador, pode ser que as nanopartículas formadas não sejam adequadamente estabilizadas. Assim, nossa proposta é realizar a síntese de nanopartículas de prata, utilizando quitosana como agente estabilizador, em substrato têxtil, em uma única etapa, sendo que a aplicação da solução é realizada pela técnica por spray. Dentre as vantagens deste invento tem-se: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa usando a quitosana como agente estabilizante e aplicação do acabamento pela técnica por spray, a qual já existe na indústria têxtil e é de fácil aplicação em grande escala.

[0034] O documento de patente CN105040436 se refere à síntese in situ de nanopartículas de prata com quitosana, por meio da técnica de imersão e redução por microondas. No entanto, a técnica de imersão consome elevada quantidade de água de produtos químicos. Assim, nossa proposta é realizar a síntese in situ de nanopartículas de prata com quitosana, por meio da técnica de spray e redução por luz ultravioleta. A vantagem deste invento é que a técnica de spray consome menor quantidade de água e produtos químicos e, conseqüentemente, gera menor quantidade de efluentes.

[0035] O documento de patente CN105200773 consiste na produção de um tecido antibacteriano, por meio da redução de íons de prata em tecido previamente modificado com quitosana afim de formar nanopartículas de prata sem a utilização de um agente redutor. Contudo, devido não ser utilizado nenhum agente redutor, o processo de redução dos íons de prata em nanopartículas de prata pode ser demorado. Assim, nossa proposta é realizar a síntese e aplicação de nanopartículas de prata, estabilizadas com quitosana, em uma única etapa. Além disso, o processo de aplicação da solução é realizado por spray e a redução é realizada por meio de redução ultravioleta. Dentre as vantagens deste invento tem-se: aplicação da solução por spray, o qual já está disponível na indústria têxtil, permitindo fácil aplicação em grande escala e utilização da irradiação ultravioleta (UV) para acelerar a redução das nanopartículas.

[0036] A proposta contida no documento de patente CN105603740 se refere a síntese in situ de nanopartículas de prata em substrato têxtil, por meio da utilização de uma quitosana modificada e um agente redutor. Contudo, a utilização de um agente redutor aumenta a quantidade de produtos químicos lançada no efluente. Assim, nossa proposta é realizar a síntese de nanopartículas de prata, utilizando a quitosana como agente estabilizador, em substrato têxtil. Além disso, a aplicação é realizada por spray e a redução por luz ultravioleta. Dentre as inúmeras vantagens deste invento podemos citar: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa usando a quitosana como agente estabilizante e aplicação do acabamento pela técnica por spray, a qual já existe na indústria têxtil e é de fácil aplicação em grande escala. Além disso, a utilização da luz ultravioleta e não de um produto como agente redutor torna o processo ambientalmente correto.

[0037] O documento de patente CN104947418 se refere ao acabamento de um tecido antibacteriano que consiste na fabricação do agente antibacteriano composto por nanopartículas de prata, quitosana e quaternário de amônio e posterior aplicação no tecido. No entanto, como é necessária a fabricação do composto para posterior aplicação, a metodologia proposta pode requerer maior tempo de processo. Desta forma, nossa proposta é realizar a síntese e aplicação de nanopartículas de prata, estabilizadas por quitosana, em substrato têxtil em uma única etapa. Além disso, a aplicação é realizada por spray. Assim, podemos citar as seguintes vantagens deste invento: síntese e aplicação de nanopartículas de prata em uma única etapa usando a quitosana como agente estabilizante e aplicação do acabamento pela técnica por spray, a qual já existe na indústria têxtil e é de fácil aplicação em grande escala.

[0038] Descrição do problema técnico e vantagens da invenção

[0039] O principal problema técnico no âmbito deste invento é a dificuldade de aplicação de agentes bioativos sobre tecidos. A grande maioria dos métodos já desenvolvidos são baseados no processo de imersão do tecido em solução contendo compostos bioativos, em que ocorre a geração de grande quantidade de efluentes inviabilizando o processo.

[0040] Devido o acabamento têxtil apresentado neste invento se tratar de aplicação e síntese de nanopartículas de prata e quitosana em apenas uma etapa usando spray, isso permite ter uma redução de custos com o tempo de processo, o que é imprescindível na indústria têxtil. Além disso, a forma de aplicação do acabamento no material é pela técnica de spray, a qual já é disponível na indústria têxtil, o que permite fácil aplicação em larga escala. Portanto, essa técnica permite uma redução da quantidade de efluente gerado quando comparado com as demais técnicas existentes na indústria têxtil. Além disso, a redução das nanopartículas é realizada utilizando a quitosana como agente estabilizador, que é um material biocompatível.

[0041] BREVE DESCRIÇÃO DO DESENHO

[0042] Figura 1: ilustração do esquema de aplicação da solução de AgNO_3 /quitosana no tecido de malha, sendo que:

- (1) Pistola Stylo Plus Arpex – pressão de trabalho utilizada de 1 bar;
- (2) Suporte para pistola – para realizar a aplicação da solução foi realizado movimento de cima para baixo da pistola, a fim de que a solução fosse aplicada em todo o tecido;
- (3) Suporte para a amostra do tecido – a distância da pistola e da amostra de tecido foi de 20 cm;
- (4) Caneca da pistola para colocação da solução a ser aplicada na amostra;
- (5) Amostra de tecido.

[0043] DESCRIÇÃO DETALHADA DO INVENTO

[0044] O presente invento foi realizado usando como substrato uma amostra de meia malha purgada e alvejada 100% algodão com gramatura de aproximadamente 160 g m^{-2} . A meia malha utilizada para realizar a síntese *in situ* de nanopartículas de prata foi previamente lavada a fim de remover impurezas contidas na mesma, conforme descrito: a malha foi imersa em uma solução com 1 g L^{-1} de detergente não iônico TREWET ME (Marca: Tremembé) com relação de banho (RB) de 1:40 (para cada 1 g de tecido utilizou-se 40 mL de água deionizada). Em seguida, as amostras foram agitadas durante 30 min

a 50 ± 3 °C em um agitador magnético. Após, a malha foi enxaguada várias vezes com água deionizada e seca em temperatura ambiente.

[0045] Para realização da síntese de nanopartículas *in situ* foram utilizados os seguintes materiais:

- nitrato de Prata (AgNO_3) da marca Qhemis;
- quitosana de massa molar viscosimétrica média de 50 kDa e grau de desacetilação de 86%;
- Ácido acético glacial da marca Neon.

[0046] Devido à fraca solubilidade da quitosana em água, a solução de quitosana, foi preparada em uma solução de 1% (v/v) de ácido acético, sob vigorosa agitação durante 12 horas. Em seguida, uma solução de AgNO_3 foi preparada e misturada com a solução de quitosana, com o auxílio de um agitador magnético por 5 min. A solução final, com concentração conhecida, foi colocada na caneca do equipamento de spray (Pistola Stylo Plus Arprex) e, então, aplicada em uma amostra de malha (10 x 10 cm) previamente fixada em um suporte. A distância entre a amostra e o equipamento de spray foi de 20 cm (Esquema na Figura 1). Após, a amostra de tecido impregnada com a solução de AgNO_3 /Quitosana (pressão utilizada para aplicação com o spray foi de 1 bar) foi colocada em uma cabine de luz (lâmpada de luz negra, marca Golden, 23 W) por um tempo pré-determinado. A distância entre a amostra e a lâmpada foi de 20 cm. Depois do tempo de exposição pré-determinado, a amostra de tecido foi colocada em uma estufa por 15 min a 50 °C para que ocorresse a completa secagem do mesmo.

[0047] Após foi realizada a análise microbiológica das amostras impregnadas com o acabamento. Os microrganismos utilizados nos ensaios foram as bactérias *Escherichia coli* ATCC 25922 e *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, cultivados em Caldo Mueller Hinton (CMH) (Difco) a 37 °C.

[0048] Antes de cada experimento os microrganismos foram cultivados nos respectivos caldos a 37 °C durante 24 h. Para os testes, a densidade celular foi padronizada em tubos salina 0,9% estéril, sendo que a turvação fique idêntica ao tubo escala McFarland que corresponde a 1×10^8 UFC/ml para bactérias.

[0049] O teste de disco difusão foi realizado em meio ágar Muller-Hinton. As bactérias foram suspensas em solução salina e semeadas sobre a placa contendo o ágar. Após foram colocados os discos contendo as amostras a serem testadas. As placas foram incubadas a 37 °C por 24 h. Após esse período, os diâmetros dos halos de inibição formados ao redor dos discos foram medidos (milímetros). O experimento foi realizado em três repetições.

[0050] Vale ressaltar que as concentrações de nitrato de prata e quitosana, além dos tempos de redução aqui expostos são frutos de vários experimentos. No entanto, somente os melhores resultados foram considerados.

[0051] Após a aplicação da solução de quitosana/nitrato de prata no tecido e posterior redução *in situ* com luz ultravioleta (UV) foi observada a alteração de cor do tecido tratado de branco para marrom-amarelado, o que indica a formação de nanopartículas de prata na superfície do tecido (OMRANI; TAGHAVINIA, 2012; REHAN et al., 2017).

[0052] A seguir, na Tabela 1, são apresentados os resultados do diâmetro do halo obtido frente à bactéria *E. coli*. Nota-se que houve um aumento do diâmetro do halo com o aumento da concentração de AgNO₃. Esse resultado já era esperado, visto que com o aumento da concentração de nitrato de prata, pode haver um aumento da quantidade de nanopartículas de prata formadas na superfície do tecido e, assim, uma maior quantidade de prata para interagir com as bactérias. Segundo Perera et al. (2013) a quantidade de nanopartículas de prata na superfície do tecido aumenta quando concentrações mais elevadas de AgNO₃ são utilizadas para realizar a síntese de nanopartículas. Pode-se observar também que com o aumento do tempo de síntese por radiação UV, não houve aumento do diâmetro do halo obtido. Acredita-se que em maiores tempos de redução haja uma maior formação de aglomerados, diminuindo assim a eficiência das nanopartículas frente às bactérias. Lu et al. (2014) sintetizaram nanopartículas de prata em fibras de seda por meio de exposição de luz UV. Segundo eles, os resultados mostraram que quando houve irradiação durante 1 h pode-se observar que alguns pontos pequenos surgem nas superfícies de seda, indicando que a síntese *in situ* de nanopartículas de

prata por redução ultravioleta é eficiente. À medida que o tempo de irradiação aumenta de 1 a 5 h, a densidade dos pontos aumenta, sendo que esses pontos gradualmente se agregam formando aglomerados.

[0053] Tabela 1 – Atividade antibacteriana frente à bactéria *Escherichia coli*

<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922				
Amostra	AgNO ₃ (g L ⁻¹)	Quitosana (mg mL ⁻¹)	Tempo (h)	Diâmetro do halo (mm)
A	2	1	2	11
B	6	1	2	12
F	6	1	6	12

[0054] A seguir, na Tabela 2, são apresentados os resultados do diâmetro do halo obtido frente à bactéria *S. aureus*. Nota-se que o diâmetro do halo obtido para as sínteses A e B foi ligeiramente maior do que no caso da bactéria *E. coli*. Assim, acredita-se que uma menor quantidade de nanopartículas de prata pode ser necessária para inibir a bactéria *S. aureus*. Além disso, é possível observar que o diâmetro do halo não foi afetado com o aumento da concentração de nitrato de prata durante a síntese. Isso pode ser devido ao fato de que a quantidade de nanopartículas obtidas com uma menor concentração de nitrato de prata já seja o suficiente para inibir a bactéria *S. aureus*. *Gram-positiva*. Busila et al. (2015) sintetizaram biocompósitos de nanopartículas de Ag:ZnO/quitosana e aplicaram em substratos têxteis. De acordo com os autores, o potencial antibacteriano é maior para as bactérias *gram-positivas* *M. luteus*, em comparação com as bactérias *gram-negativas* *E. coli*. O comportamento diferente pode ser atribuído a diferenças na composição e estrutura das paredes celulares dos dois tipos de bactérias. A parede celular das bactérias *Gram-negativas* é composta de lipídios, proteínas e lipopolissacarídeos (LPS), que proporciona uma proteção eficiente contra os efeitos nocivos de biocidas, em contraste com a parede bacteriana.

[0055] Tabela 2 – Atividade antibacteriana frente à bactéria *Staphylococcus aureus*

<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923				
Amostra	AgNO ₃ (g L ⁻¹)	Quitosana (mg mL ⁻¹)	Tempo (h)	Diâmetro do halo (mm)

A	2	1	2	13
B	6	1	2	13
F	6	1	6	12

[0056] Por outro lado, houve diminuição do diâmetro do halo com o aumento do tempo de síntese, o que pode estar relacionado com o aumento de aglomerados que pode ter sido formado, como explicado anteriormente.

[0057] Entretanto, além do efeito das nanopartículas de prata formada, temos também o efeito antibacteriano da quitosana utilizada durante a síntese que pode auxiliar na inibição das bactérias. Hu *et al.* (2008) utilizaram quitosana, AgNO₃ e NaOH para sintetizar nanopartículas de prata-quitosana, as quais foram aplicadas em tecido de algodão. A partir da micrografia de transmissão foi observado que as nanopartículas de prata são encapsuladas nas nanopartículas de quitosana.

[0058] Desta forma, acredita-se que, quando realizada a síntese das nanopartículas, ocorreu o encapsulamento das nanopartículas de prata por nanopartículas de quitosana e a atividade antibacteriana esteja ocorrendo devido à ação dos dois compostos. De fato, Rodríguez-Argüelles *et al.* (2011) observaram que nanopartículas de prata-quitosana apresentam uma atividade antimicrobiana significativamente maior do que os íons Ag⁺, sendo que não foram observadas diferenças significativas entre a atividade antibacteriana de nanopartículas de prata-quitosana contra as bactérias *gram-positivas* e *gram-negativas*.

[0059] Reaid *et al.* (2013) sintetizaram um filme de quitosana com nanopartículas de prata e sugeriram que a excelente atividade antibacteriana utilizando o filme pode ocorrer devido à presença de uma estrutura porosa que adsorva grande quantidade de água que resulta na liberação de nanopartículas de prata eficientemente para o meio. Assim, é esperado que o mesmo ocorra com o tecido sintetizado com as nanopartículas de prata/quitosana.

[0060] REFERÊNCIAS

BUȘILĂ, M. *et al.* Synthesis and characterization of antimicrobial textile finishing based on Ag:ZnO nanoparticles/chitosan biocomposites. **RSC Adv.**, v. 5, n. 28, p. 21562–21571, 2015.

HE, J.; KUNITAKE, T.; NAKAO, A. Facile In Situ Synthesis of Noble Metal

Nanoparticles in Porous Cellulose Fibers. **Chemistry of Materials**, v. 15, n. 23, p. 4401–4406, 2003.

LU, Z. et al. UV-assisted in situ synthesis of silver nanoparticles on silk fibers for antibacterial applications. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 447, p. 1–7, 2014.

OMRANI, A. A.; TAGHAVINIA, N. Photo-induced growth of silver nanoparticles using UV sensitivity of cellulose fibers. **Applied Surface Science**, v. 258, n. 7, p. 2373–2377, 2012.

PERERA, S. et al. Morphological, antimicrobial, durability, and physical properties of untreated and treated textiles using silver-nanoparticles. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 436, p. 975–989, 2013.

REHAN, M. et al. Towards multifunctional cellulosic fabric: UV photo-reduction and in-situ synthesis of silver nanoparticles into cellulose fabrics. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 98, p. 877–886, 2017.

REIAD, N. A. et al. Green synthesis of antibacterial chitosan films loaded with silver nanoparticles. **Chinese Journal of Polymer Science**, v. 31, n. 7, p. 984–993, 2013.

RODRÍGUEZ-ARGÜELLES, M. C. et al. Chitosan and silver nanoparticles as pudding with raisins with antimicrobial properties. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 364, n. 1, p. 80–84, 2011.

REIVINDICAÇÕES

1. PROCESSO DE BIOATIVAÇÃO DE TECIDO COM ATIVIDADE ANTIBACTERIANA USANDO QUITOSANA E NANOPARTÍCULAS DE PRATA APLICADAS VIA SPRAY **caracterizado pelas** etapas de preparação da solução de quitosana e prata; aplicação desta solução sobre o tecido usando spray e tratamento com lâmpada UV.
2. PROCESSO, conforme reivindicação 1, **caracterizado pela** preparação da solução de quitosana em água com 1% (v/v) de ácido acético e adição de um sal de prata.
3. PROCESSO, conforme reivindicações 1 e 2, **caracterizado pela** aplicação da solução de quitosana e prata usando a técnica por spray.
4. PROCESSO, conforme reivindicações 1 a 3, **caracterizado pela** exposição do tecido a radiação UV.
5. PROCESSO, conforme reivindicações 1 a 4, **caracterizado pelo** tecido com atividade antibacteriana frente às bactérias *E. coli* e *S. aureus* nas concentrações de 2 e 6 g L⁻¹ de nitrato de prata, 1 mg mL⁻¹ de quitosana e tempo de exposição UV de 2 e 6 horas.
6. PROCESSO, conforme reivindicações 1 a 5 **caracterizado pela** maior atividade antibacteriana frente à bactéria *S. aureus* quando comparado com a bactéria *E. coli*.

DESENHO

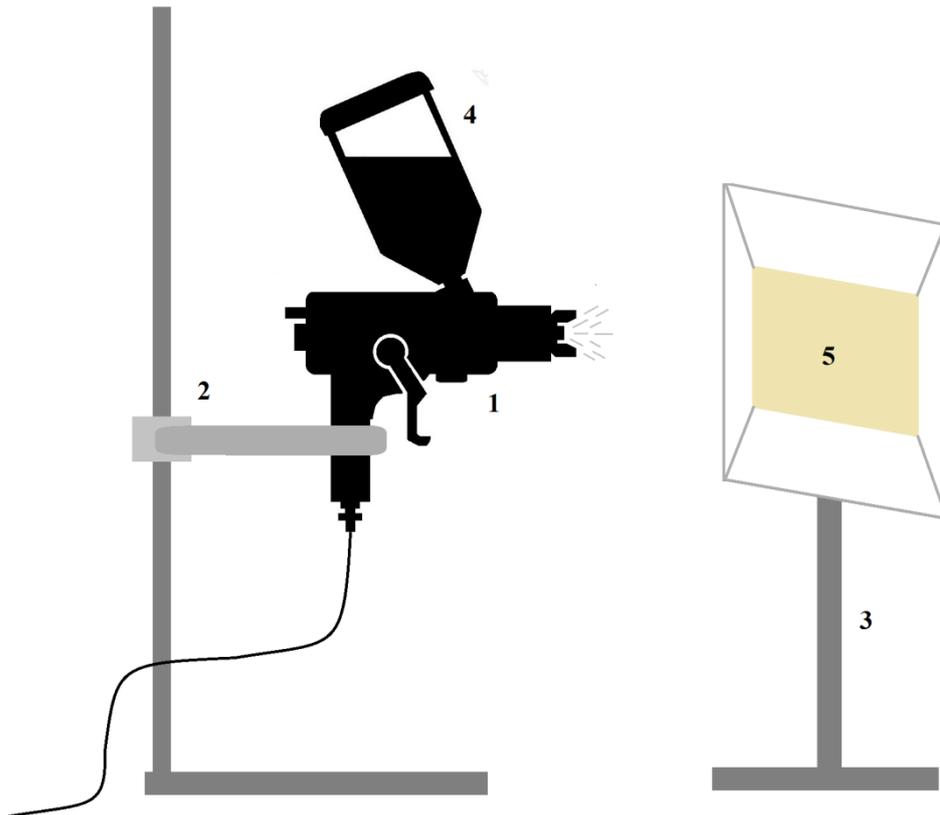


Figura 1

- (1) Pistola Stylo Plus Arprex – pressão de trabalho utilizada de 1 bar
- (2) Suporte para pistola – para realizar a aplicação da solução foi realizado movimento de cima para baixo da pistola, a fim de que a solução fosse aplicada em todo o tecido
- (3) Suporte para a amostra do tecido – a distância da pistola e da amostra de tecido foi de 20 cm
- (4) Caneca da pistola para colocação da solução a ser aplicada na amostra
- (5) Amostra de tecido

RESUMO**PROCESSO DE BIOATIVAÇÃO DE TECIDO COM ATIVIDADE ANTIBACTERIANA USANDO QUITOSANA E NANOPARTÍCULAS DE PRATA APLICADAS VIA SPRAY**

O invento apresentado se trata de um processo para aplicar e sintetizar nanopartículas de prata em materiais têxteis tendo como objetivo conferir ao tecido atividade antibacteriana, o qual pode ser aplicado em tecidos destinados a confecção de artigos na área médica e esportiva. O processo consiste em aplicar sobre o tecido, utilizando equipamento spray, uma solução de um sal de prata e quitosana. O tecido impregnado é então exposto a radiação ultravioleta, a fim de formar nanopartículas de prata sendo que a quitosana atua como estabilizador, formando um filme uniforme sobre o tecido. Visto que a maioria dos processos visa a síntese de nanopartículas e posterior aplicação das mesmas no material têxtil, este processo minimiza o tempo de processo devido a aplicação e síntese serem realizadas em uma única etapa. Além disso, o processo de acabamento é comumente aplicado pela técnica de imersão que gera elevada quantidade de efluentes, o que não acontece com a técnica de aplicação por spray. Vale ressaltar que a técnica de spray já é disponível no mercado e permite fácil aplicação em grande escala.