

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) **PI0802290-9 A2**



(22) Data de Depósito: 23/06/2008
(43) Data da Publicação: 02/03/2010
(RPI 2043)

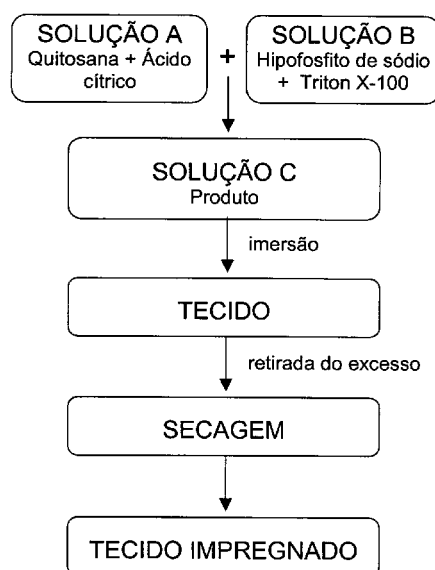
(51) *Int.Cl.:*
D06M 15/03 (2010.01)
D06M 16/00 (2010.01)
D06M 101/10 (2010.01)

(54) Título: **PRODUTO A BASE DE QUITOSANA E PROCESSO DE IMPREGNAÇÃO DO MESMO EM TÊXTEIS**

(73) Titular(es): Santista Têxtil Brasil S.A, Universidade de São Paulo - USP

(72) Inventor(es): ALESSANDRA LUZIA DA RÓZ, ANTONIO JOSÉ FELIX DE CARVALHO, FELIPPE JOSÉ PAVINATTO, FRANK NELSON CRESPILO, LUIZA VIETRI PEREIRO, OSVALDO NOVAIS DE OLIVEIRA JUNIOR, VALTENCIR ZUCOLOTTO

(57) Resumo: PRODUTO A BASE DE QUITOSANA E PROCESSO DE IMPREGNAÇÃO DO MESMO EM TÊXTEIS. A presente invenção refere-se a um produto (aditivo) a base de quitosana e um processo para impregnação e fixação de um produto à base de quitosana sobre tecidos compostos totalmente ou parcialmente de algodão (celulose). O produto e o processo de impregnação e fixação do aditivo possuem enorme aplicação na indústria têxtil.





**PRODUTO A BASE DE QUITOSANA E PROCESSO DE
IMPREGNAÇÃO DO MESMO EM TÊXTEIS**

A presente invenção refere-se a um produto (aditivo) a base de quitosana e um processo para impregnação e
5 fixação deste produto em tecidos compostos total ou parcialmente de algodão (celulose). O produto e o processo de impregnação e fixação do aditivo possuem ampla aplicação na indústria têxtil.

O uso de agentes antimicrobianos tem sido extensivamente investigado, já que é requerido numa infinidade de
10 aplicações. O emprego bem-sucedido depende da identificação de tais agentes e da maneira pelos quais os aditivos são fixados ao substrato de interesse. Sabe-se da literatura, por exemplo de K. Kurita, Polymer Degradation and Stability, 59, 117-120 (1998), X. Wang et al., Polymer Bulletin, 55, 105-113 (2005), S. Lim; S.
15 Hudson, Journal of Macromolecular Science - Part C, C43(2), 223-269 (2003), WO9932697, entre outros, que a quitosana possui propriedades antimicrobianas. Estas propriedades para diversos fins têm sido extensivamente relatadas, como em Y. Shin, et al., J. Appl. Polym. Sci., 74, 2911-2911 (1999), que usaram oligômeros
20 de quitosana em tecidos de polipropileno como importante agente antimicrobiano. A patente WO0049219 relata que vários substratos, como o poliéster, são submetidos a tratamentos com quitosana e sais de prata, para confecção de produtos com características antimicrobianas. A patente WO05019315 relata a utilização da
25 quitosana como agente antimicrobiano em superfícies reativas com o grupo amina. A patente WO03070008 apresenta soluções contendo quitosana hidrolisada como agente antimicrobiano e inibidor do crescimento de microorganismos patogênicos.

É conhecida, também, a utilização da quitosana na impregnação de tecidos de algodão para conferir-lhes propriedades antimicrobianas. Vários trabalhos mencionam a impregnação de quitosana sem qualquer modificação, como a patente US20060008515 e
5 Y. Shin, et al., J. Appl. Polym. Sci., 80, 2495-2501 (2001), que descrevem a impregnação de tecidos de algodão com uma solução de quitosana (em ácido acético 2%) empregando o método "pad-dry-cure", assim detalhado: as amostras foram secas a 100 °C por 3 minutos e curadas a 150 °C também por 3 minutos. Apesar de
10 comentarem a capacidade bactericida/bacteriostática do tecido, nenhum estudo sobre a capacidade de fixação da quitosana foi apresentado.

É conhecida, de outros trabalhos, a importância da ligação entre agente antimicrobiano e o substrato. A patente
15 US20030159200 descreve um processo baseado na polimerização por enxertia via radical livre na superfície do tecido usando, por exemplo, o ozônio. A patente US20060083710 relata a interação entre materiais poliméricos e agentes anti-odores como quitosana, sais e derivados de quitosana e complexos metal-quitosana via
20 deposição a vácuo e técnicas de feixe de elétrons.

S. Lim, Carboh. Polym., 56, 227-234 (2004) descreve o uso do derivado cloreto de O-acrilamido-metil-N-[(2-hidroxi-3-trimetilamonio)propil] quitosana para aumentar a durabilidade da função antimicrobiana em tecidos de algodão,
25 usando o método de impregnação "pad-batch", que foi assim especificado: as amostras foram secas a 70 °C por 4 minutos e então curadas a 110, 130 e 150 °C por 5 minutos. As amostras tratadas mostraram boa fixação até 10 ciclos de lavagens de acordo

com a norma AATCC 61(2A) de 1996.

A grande dificuldade em todos os casos relatados reside na estabilidade do agente bacteriano que é removido progressivamente com a lavagem do tecido. Os processos baseados unicamente na impregnação do algodão com a quitosana apresentam menor durabilidade.

Assim sendo, a presente invenção descreve um processo que apresenta a vantagem sobre as tecnologias anteriores de promover forte ligação entre a quitosana e a celulose e ao mesmo tempo ser de fácil aplicação e ter baixo custo, pois emprega reagentes simples, podendo ser aplicado diretamente no processo de fabricação do tecido, ou até mesmo no tecido beneficiado, em meio aquoso, sem a necessidade de novos equipamentos ou processos adicionais.

O novo procedimento de fixação química não produz alterações significativas das características originais do tecido, ademais o produto final possui maior estabilidade, persistindo impregnado no tecido mesmo após um grande número de lavagens.

Objetivos do invento

É objetivo da presente invenção estabelecer uma nova formulação à base de quitosana e um novo procedimento de fixação química do polissacarídeo sobre tecidos contendo celulose.

Descrição resumida do invento

A presente invenção trata de um produto, na forma de aditivo têxtil, composto majoritariamente pelo polissacarídeo quitosana e seu processo de impregnação em tecidos. O processo compreende 3 etapas: Na etapa 1, quitosana, ácido orgânico, hipofosfito de sódio e o surfactante não-iônico comercial Triton

X-100[®] são dissolvidos em água com pH ácido e a solução é homogeneizada sob agitação. Na etapa 2, amostras de tecidos contendo celulose em sua composição são imersas na solução preparada na primeira etapa. Na etapa 3, é realizado um tratamento 5 térmico em estufa (cura) para que ocorra a reação entre a quitosana e os sítios ativos das fibras de celulose do tecido.

Descrição das figuras

A figura 1 apresenta uma representação do esquema das reações entre celulose, ácido cítrico e quitosana.

10 A figura 2 apresenta o processo de fixação da quitosana esquematizado em um diagrama.

A figura 3 apresenta o gráfico dos resultados da impregnação de quitosana após 1, 5, 10, 15, 20, 25 e 30 ciclos de lavagens e verificação, por espectroscopia na região do UV-Vis, da 15 presença de quitosana nos tecidos (reação dos grupos amino da quitosana com o composto ninidrina).

A figura 4 apresenta a fotografia de um tecido submetido à impregnação com quitosana via ligação covalente.

Descrição detalhada do invento

20 O invento em questão é composto majoritariamente pelo polissacarídeo quitosana. O aditivo pode ser ligado quimicamente sobre tecidos compostos 100% de fibras celulósicas ou tecido composto por fibras celulósicas misturadas a quaisquer outras fibras sintéticas, como poliésteres e poliamidas, 25 conferindo um caráter antimicrobiano a artigos têxteis, como por exemplo, o jeans. Ainda, o referido aditivo, mantém-se impregnado ao tecido, mesmo após vários ciclos de lavagens.

O processo, desde a preparação do aditivo a base

de quitosana até a impregnação no tecido é apresentado em 3 etapas. O exemplo a seguir descreve a melhor forma de concretização e tem por objetivo melhor esclarecer o escopo da invenção, não devendo contudo ser tomado para efeito limitativo da invenção.

A primeira etapa refere-se à preparação da formulação contendo quitosana, podendo ser utilizadas amostras de quitosana com diversos graus de acetilação, na faixa de 0 a 50%, e massas molares desde oligômeros até polímeros de altíssimas massas molares. Inicialmente, uma solução de quitosana 0,5% a 10% (m/m), preferencialmente 0,8%, e ácido orgânico dicarboxílico 4% a 50% (m/m), preferencialmente 7%, é preparada. Esta solução permaneceu sob agitação durante 24 horas a 25°C. Para esta solução o ácido orgânico dicarboxílico utilizado, pode ser, por exemplo, ácido oxálico, ácido malônico, ácido succínico, etc, sendo preferido o uso do ácido cítrico. Essa solução foi aqui denominada solução A. Como representado na figura 1, o ácido cítrico pode reagir com as hidroxilas da celulose, formando um derivado de celulose enxertado com ácido cítrico. Esta celulose enxertada pode, devido à presença de outros grupos COOH do ácido, sofrer reações de esterificação (com as hidroxilas da quitosana) ou reações de transamidação (com os grupos NH₂ da quitosana), promovendo a ligação química entre a celulose e a quitosana. Uma solução (solução B) contendo o catalisador hipofosfito de sódio, na razão molar 1:1 (hipofosfito de sódio: ácido orgânico), e Triton X-100 0,01% a 1% (v/v), preferencialmente 0,1%, foi adicionada à solução A. A solução resultante foi denominada solução C, com pH entre 1 e 5. Além do Triton X-100 outros surfactantes não-iônicos poliméricos podem

ser utilizados, tais como quaisquer copolímeros de óxido de etileno e óxido de propileno.

A segunda etapa é o processo de impregnação. Uma amostra de tecido é imersa na solução C por 10 minutos à 25°C.

5 Depois, o tecido é retirado e o excesso da solução extraído. O processo de banho por imersão pode ser realizado com velocidades de passagem do tecido pela solução C variando de 5 m/min a 50 m/min e com tempos de imersão entre 1-60 minutos, resultando em diferentes *pick-ups*.

10 Na terceira etapa, é realizada a cura por um tratamento térmico em estufa para que ocorra a reação entre a quitosana e os sítios ativos das fibras de celulose do tecido. A amostra de tecido foi colocada em uma estufa que pode ser a seco, ou a vapor de água. A amostra do tecido é submetida a dois ciclos

15 de aquecimento. No primeiro ciclo, a amostra é colocada em uma estufa com temperatura entre 70 e 150 °C, preferencialmente 100°C, por um período de 1 a 15 minutos, preferencialmente, 5 minutos. Num segundo ciclo, a amostra é submetida a um aquecimento, com temperatura entre 100 e 250 °C, preferencialmente 190°, por um

20 período de 30 segundos a 10 minutos, preferencialmente 2 minutos. Após as etapas de aquecimento, o tecido enxertado foi lavado em água corrente.

Ressalta-se que este processo pode ser empregado em tecido ou fio de algodão, de quaisquer dimensões, coloridos com

25 qualquer tipo de pigmento e submetidos a quaisquer outros processos de beneficiamento e, ainda, empregados em tecidos compostos por fibras celulósicas misturadas a quaisquer outras fibras sintéticas, como poliésteres e poliamidas.

Ao final da terceira etapa, obtém-se o tecido de celulose impregnado com quitosana. A verificação da fixação da impregnação de quitosana via ligação covalente (adaptadas de Rippon, JSDC, 100, 299-303 (1984)) se dá através do monitoramento de um produto resultante da reação dos grupos amino da quitosana com o composto ninidrina, seguindo o procedimento realizado pelos inventores:

Uma mistura de soluções aquosas de ninidrina 2% e acetato de sódio 15% (razão 1:1 v/v) foi preparada em um recipiente graduado, em um total de 20 mL. Foi acrescentada, então, a solução as amostras de tecido a serem analisadas, com dimensão de aproximadamente 1,5 cm x 1,5 cm. A mistura foi colocada em banho de água sob ebulição por 20 min. A solução foi resfriada, o tecido retirado do banho, e a absorbância medida em 568 nm empregando-se um espectrômetro. A concentração de quitosana foi obtida por referência a uma curva de calibração.

Reivindicações

1- **PROCESSO DE IMPREGNAÇÃO DE PRODUTO A BASE DE QUITOSANA EM TÊXTEIS**, caracterizado por compreender uma primeira etapa de preparação de uma solução aquosa, com pH variando entre 1 e 5, contendo quitosana, 0,5% a 10% (m/m), ácido cítrico, 4% a 50% (m/m), hipofosfito de sódio, na razão molar 1:1 (hipofosfito de sódio:ácido cítrico) e surfactante não-iônico polimérico, 0,01% a 1% (v/v); uma segunda etapa de imersão do tecido, sendo a velocidade de passagem do tecido pela solução de 5 m/min a 50m/min e o tempo de imersão entre 1-60 minutos; ainda, uma terceira etapa de cura compreendendo dois ciclos, sendo que a temperatura do primeiro ciclo varia de 70 a 150°C, por um período de 1 a 15 minutos, e o segundo ciclo varia de 100 a 250°C, por um período de 30 segundos a 10 minutos.

2. **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelos componentes da primeira etapa estarem presentes preferencialmente nas seguintes proporções 0,8% (m/m) de quitosana, 7% (m/m) de ácido cítrico e 0,1% (v/v) de surfactante não-iônico polimérico.

3. **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que na segunda etapa o produto pode ser aplicado por imersão do tecido no produto, borrifação, etc.

4. **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelas temperaturas e tempos estimados da terceira etapa ser de 100°C, por 5 minutos, para o primeiro ciclo, e 190°C, por 2 minutos, para o segundo ciclo.

5. **PRODUTO A BASE DE QUITOSANA**, caracterizado por compreender quitosana, ácido orgânico, catalisador e surfactante

não-iônico polimérico.

6. **PRODUTO**, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo ácido orgânico dicarboxílico compreender ácido cítrico, ácido oxálico, ácido malônico, etc.

5 7. **PRODUTO**, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo ácido orgânico dicarboxílico ser preferencialmente o ácido cítrico.

8. **PRODUTO**, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo surfactante não-iônico polimérico compreender
10 quaisquer copolímeros de óxido de etileno e óxido de propileno.

9. **PRODUTO**, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo surfactante não-iônico polimérico ser preferencialmente o Triton X-100.

10. **PROCESSO**, de acordo com a reivindicação 5,
15 caracterizado pela quitosana poder apresentar massas molares desde oligômeros até polímeros de altíssima massa molar e grau de acetilação na faixa de 0 a 50%.

11. **PRODUTO**, de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por poder ser empregado em tecidos compostos por
20 fibra celulósica pura ou misturadas a quaisquer outras fibras sintéticas, como poliésteres e poliamidas na forma de tecidos planos ou fios beneficiados ou não.

FIGURA 1

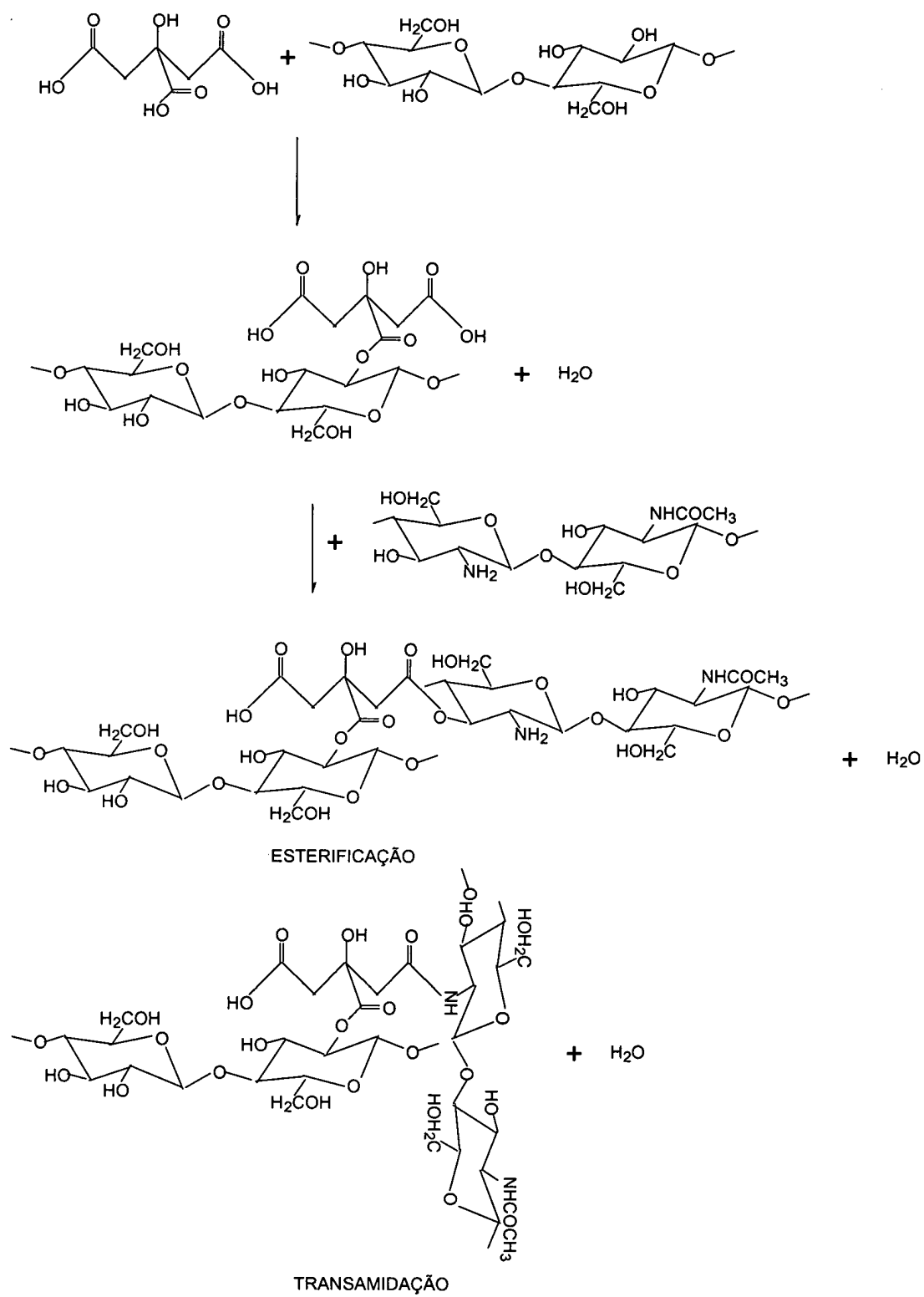


FIGURA 2

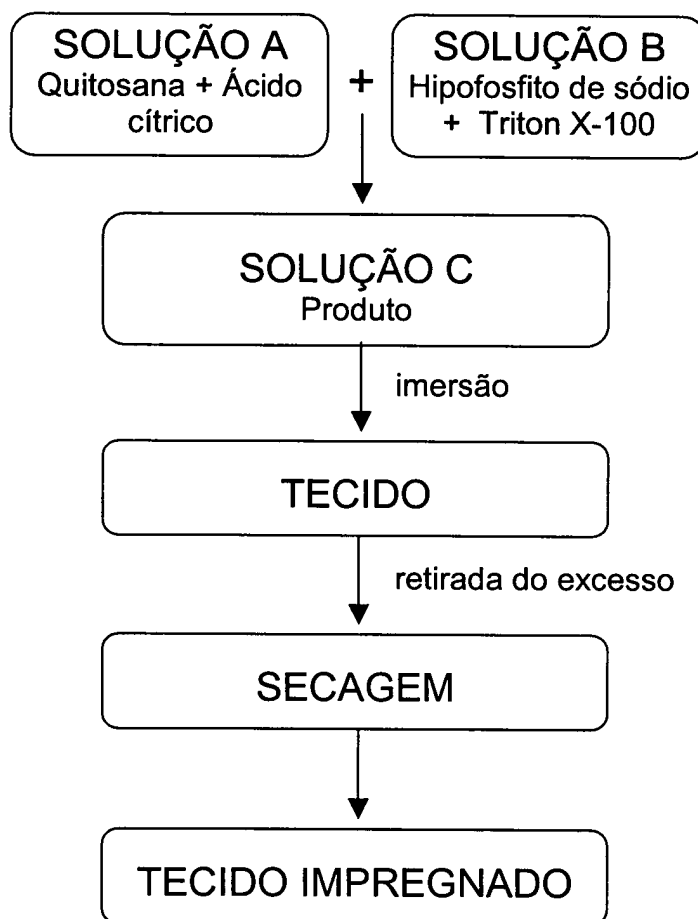


FIGURA 3

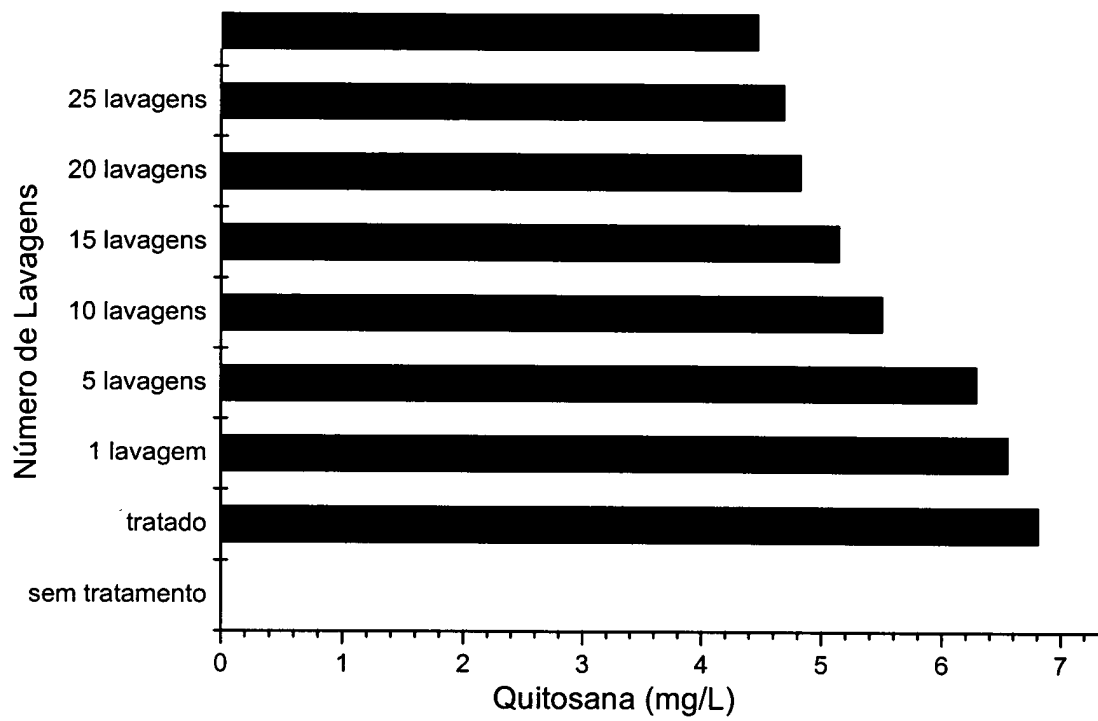
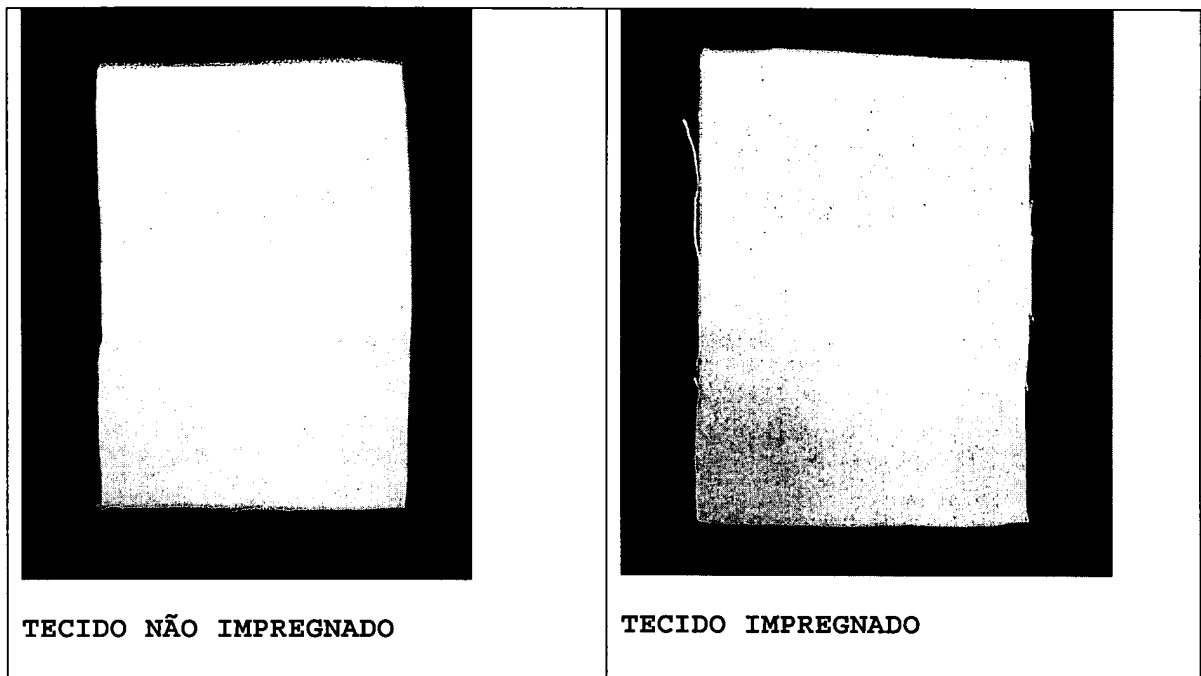


FIGURA 4



RESUMO

PRODUTO A BASE DE QUITOSANA E PROCESSO DE
IMPREGNAÇÃO DO MESMO EM TÊXTEIS

5 A presente invenção refere-se a um produto (aditivo) a base de quitosana e um processo para impregnação e fixação de um produto à base de quitosana sobre tecidos compostos totalmente ou parcialmente de algodão (celulose). O produto e o processo de impregnação e fixação do aditivo possuem enorme aplicação na indústria têxtil.

Consulta à Base de Dados do INPI

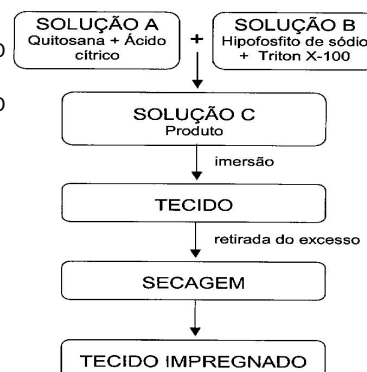
[Início | Ajuda?]

» Consultar por: [Base Patentes](#) | [Finalizar Sessão](#)

1/1

Depósito de pedido nacional de Patente

- (21) Nº do Pedido: **PI 0802290-9 A2**
- (22) Data do Depósito: 23/06/2008
- (43) Data da Publicação: 02/03/2010
- (47) Data da Concessão: -
- (51) Classificação - IntCL: **D06M 15/03 ; D06M 16/00 ; D06M 101/10**
- (54) Título: **PRODUTO A BASE DE QUITOSANA E PROCESSO DE IMPREGNAÇÃO DO MESMO EM TÊXTEIS**
- (57) Resumo: **PRODUTO A BASE DE QUITOSANA E PROCESSO DE IMPREGNAÇÃO DO MESMO EM TÊXTEIS. A presente invenção refere-se a um produto (aditivo) a base de quitosana e um processo para impregnação e fixação de um produto à base de quitosana sobre tecidos compostos totalmente ou parcialmente de algodão (celulose) O produto e o processo de impregnação e fixação do aditivo possuem enorme aplicação na indústria têxtil.**
- (71) Nome do Depositante: **Universidade de São Paulo - USP (BR/SP) / Universidade de São Paulo - USP (BR/SP)**
ALESSANDRA LUZIA DA RÓZ / LUIZA VIETRI PEREIRO / FELIPPE JOSÉ
- (72) Nome do Inventor: **PAVINATTO / [Frank Nelson Crespihlo](#) / VALTENCIR ZUCLOTTO / [Antonio José Felix de Carvalho](#) / OSVALDO NOVAIS DE OLIVEIRA JUNIOR**
- (74) Nome do Procurador: **Maria Aparecida de Souza**



Petições ?

Pgo	Protocolo	Data	Imagens	Serviço	Cliente	Delivery	Data
✓	800160188369	06/07/2016	- - -	220	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - USP		-
✓	800150169003	03/07/2015	- - -	220	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - USP		-
✓	800140134270	23/06/2014	- - -	220	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - USP		-
✓	018130040118	11/12/2013	- - -	208	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - USP		-
✓	800130252080	09/12/2013	- - -	221	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - USP		-
✓	800130252079	09/12/2013	- - -	221	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - USP		-
✓	018130010824	03/04/2013	- - -	249	UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO - USP		-
✓	800110147493	12/09/2011	- - -	220	SANTISTA WORK SOLUTION S.A		-
✓	800100132820	01/09/2010	- - -	220	SANTISTA WORK SOLUTION S.A		-
✓	018100018472	21/05/2010	- - -	203	SANTISTA WORK SOLUTION S.A		-
✓	018100007417	04/03/2010	- - -	248	SANTISTA WORK SOLUTION S.A		-
✓	018080039105	23/06/2008	- - -	200	SANTISTA WORK SOLUTION S.A		-

Publicações ?

RPI	Data RPI	Despacho	Img	Complemento do Despacho
2229	24/09/2013	25.1		-
2067	17/08/2010	25.4	-	- Alterado de: Santista Têxtil Brasil S.A
2043	02/03/2010	3.1	-	-
1976	18/11/2008	2.1	-	-

Dados atualizados até **18/10/2016** - Nº da Revista: **2389**

Documentos Publicados



RPI 2043