

(19)



(10)

LT 4568 B

(12)

PATENTO APRAŠYMAS(11) Patento numeris: **4568**(51) Int. Cl.⁶: **D01F 1/10**
D01F 2/28(21) Paraiškos numeris: **98-178**(22) Paraiškos padavimo data: **1998 12 09**(41) Paraiškos paskelbimo data: **1999 06 25**(45) Patento paskelbimo data: **1999 10 25**

(72) Išradėjas:

Algimantas Stasys Anužis, LT
Janina Magdalena Mackevičienė, LT

(73) Patento savininkas:

Akcinė bendrovė "Dirbtinis pluoštas", Pramonės g. 4, 3711 Kaunas, LT

(74) Patentinis patikėtinis:

Nijolė Viktorija Mickevičienė, 11, Panerių g. 79a, 3026 Kaunas, LT

(54) Pavadinimas:

Acetatiniai antimikrobiniai siūlai

(57) Referatas:

Šis išradimas yra apie acetatinius antimikrobinius siūlus, kur kaip antimikrobinis priedas į verpimo tirpalą dedamas 5-chlor-2-(2,4-dichlorfenoksi)fenolis. Siūlų sudėtis masės procentais yra ši:

acetilceliuliozė	86,9-89,4
antimikrobinis priedas	0,3- 2,5
riebiklis	2,7- 3,3
acetonas	0,3- 0,7
vanduo	iki 100.

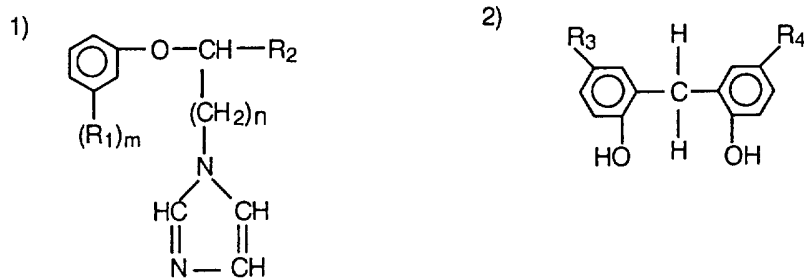
Šie siūlai pasižymi aktyviu antimikrobiniu poveikiu įvairiems, ypač sukeliantiems pūlinės infekcijas, mikroorganizmams ir todėl gali būti naudojami tekstilės gaminiams ir medicinoje.

Šis išradimas yra apie cheminius siūlus, tiksliau, apie acetatinius antimikrobinus siūlus, kurie gali būti naudojami tekstilės pramonėje ir medicinoje.

Yra žinomi acetilceliulioziniai (acetatiniai ir triacetatiniai) antimikrobiniai siūlai, kurie gaminami verpimo tirpale ištirpinant turinčių antiseptinių savybių nuo 0,5 iki 5 procentų nuo acetilceliuliozės masės 5- nitrofurano grupės junginių. Šių pluoštų gamyba nebuvo įsisavinta, nes antiseptinių junginių sintezė buvo brangi. (Б. Полищук и др. Получение антимикробных ацетатных волокон в опытно-промышленных условиях. (Химические волокна): 2, 1972)

Yra žinomas acetilceliuliozinis pluoštas, iš kurio gaminami medicininiai tamponai žaizdoms. Acetatinis pluoštas apdorojamas triacetinu (1,2,3- propantriiltrietaoatu) ir iš taip paruošto acetatinio pluošto gaminami tamponai žaizdoms. Kadangi pluoštas yra mirkomas antiseptiko tirpale, tamponai yra vienkartiniai, todėl visai neaiškus antiseptinių savybių ilgalaikis poveikis. (SU išradimas 827629, prioritetas nuo 1978 11 09, D 01 F 11/02, paskelbtas OB 17/1981).

Artimiausias žinomas techninis sprendimas – tai atsparūs skalbimui cheminiai siūlai, kuriuos gaminant sintetinį polimerą sumaišo su 0,1-5 masės procentais azolo junginio (1 formulė) ir 0,1-5 procentais dihidroksidifenilmetano (2 formulė) darinio:



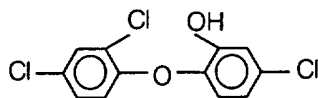
Kur $n = 0$ ar 1 ; $m = 0,1$ ar 2 ; R_1 - halogenas, halogenfenilas ar fenilas; $R_2 = \text{CO-C(CH}_3)_3$; R_3 ir R_4 - halogenai. Kadangi šiame cheminiame pluošte yra iki 10 procentų dviejų sudėtingų organinių junginių mišinio, todėl jo gamyba yra komplikauta. (DE paraiška 0429665, AT prioritetas 1984 11 08, pareiškėjas BAYER AG, Изобретения стран мира, выпуск 70, 10/1986, стр. 13).

Šio išradimo uždavinys - sukurti acetilceliuliozinį siūlą su ilgai išsilaikančiomis gaminį dėvint ir skalbiant antimikrobinėmis savybėmis. Iš tokių siūlų bus gaminami apatiniai, viršutiniai, sportininkų rūbai, pamušalai, avalynės įklotai, paklodės, įvairūs įklotai, filtrai, apmušalai sienoms, elastiniai bintai, servetėlės, kaukės gydytojams, stomatologams, specialios paskirties paketai ir pan.

Šį uždavinį išsprendžia patentuojami acetatiniai antimikrobiniai siūlai iš acetilceliuliozės ir antimikrobinio organinio priedo, kurių sudėtis (masės procentais) yra:

acetilceliuliozė	86,9 – 89,4;
antimikrobinis organinis priedas	0,3 – 2,5;
riebiklis	2,7 – 3,3;
acetonas	0,3 – 0,7;
vanduo iki	100.

Antimikrobinis organinis priedas - tai 5-chlor- 2 – (2,4 – dichlorfenoksi)fenolis:



Tai balti, kristališki, gerai tirpstantys organiniuose tirpikliuose, bet netirpūs vandenyje milteliai.

Acetatinčius siūlus gamina pagal AB “Dirbtinis pluoštas” technines sąlygas TS 3353911 – 01 – 96 “ Sukti acetatiniai siūlai pakuotėse”. Gamybos procesą sudaro šios technologinės operacijos: verpimo tirpalo gamyba, siūlų verpimas, sukimas ir tirpiklio regeneracija.

Verpimo tirpalą ruošia taip: apskaičiuotus acetilceliuliozės ir organinio antimikrobinio priedo kiekius sumaišo, pakrauna į tirpintuvą , tirpina acetono ir vandens mišinyje ir filtruoja. Verpimo tirpalo sudėtis (masės procentais) yra ši:

acetilceliuliozė	23,3 – 25,5;
antimikrobinis organinis priedas	0,3 – 2,5;
acetonas	70,6 – 71,0;
vanduo	iki 100.

Verpimo tirpalo kokybę ir sudėtį patikrina po filtracijos (nustato klampumą, užterštumo konstantą, antimikrobinio priedo kiekį).

Acetatinčius siūlus verpia sausuoju būdu , FFO tipo verpimo mašinomis (išgarinant iš verpimo tirpalo acetoną), suverptą siūlą įriebina ir suveja ant metalinių ričių. Jeigu norima padidinti antimikrobinių siūlų kompaktiškumą ar pajvairinti jų struktūrą, tai suverptus siūlus suka nuo 80 iki 1200 sūkių metre. Iš taip paruoštų siūlų gamina audinius, trikotažą, neaustines medžiagas įvairioms reikmėms.

TS 3353911 - 01- 96 numatytais metodais patikrina tokias siūlų savybes: ilginį tankį, lyginamąją trūkimo jėgą, trūkimo ištįsą ir sukrumą.

Išradimo esmė iliustruojama pavyzdžiais.

1 pavyzdys. Acetoninius verpimo tirpalus iš acetilceliuliozės ir antimikrobinio organinio priedo gamina laboratorijoje. Paruošia tirpalus, kuriuose yra 0,3; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0 ir 2,5 procento priedo nuo acetilceliuliozės masės .Visi šie tirpalai yra stabilūs, jų klampumas, užterštumo konstanta ir verplumas atitinka techninių sąlygų reikalavimus. Antimikrobinio priedo nustatymui lieja tirpalo plėveles, jas išdžiovina ir spektrofotmetrinio būdu nustato priedo kiekį.

2 pavyzdys. Iš acetilceliuliozės, antimikrobinio priedo ir tirpiklio ruošia po 20 kg verpimo tirpalo ir laboratoriniame stende verpia acetatinčius siūlus su 0,3; 0,5; 0,7; 1,0 ir 2,5 procento priedo.

3 pavyzdys. Iš acetilceliuliozės ir 0,3 procento antimikrobinio priedo ruošia tirpalą, iš kurio gamybinėmis sąlygomis gamina 100 pakuočių po 500 g siūlų.

4 pavyzdys. Gamybinėmis sąlygomis tuo pačiu technologiniu režimu ir iš tų pačių žaliavų verpia acetatinčius siūlus be priedų (kontrolinis bandymas).

Visų šių siūlų savybes tikrina AB “Dirbtinis pluoštas” techninėse sąlygose TS 3353911 – 01 –96 “Sukti acetatiniai siūlai pakuotėse” numatytais metodais. Tyrimų rezultatai pateikiami 1 lentelėje.

Acetatinių siūlų savybės

1 lentelė

Pavyzdys (priedo kiekis, %)	Ilginis tankis, tex	Lyginamoji trūkimo jėga, mN/tex	Trūkimo ištįsa, %	Sukrumas, m ⁻¹
Laboratorinis stendas				
0,3	16,4	114,0	27,9	82
0,3	16,4	115,0	27,6	136
0,5	16,4	114,0	32,6	92
0,7	16,4	115,0	30,9	89
1,0	16,4	118,0	30,7	92
2,5	16,4	98,0	24,1	91
Gamybinis bandymas				
0,3	16,6	105,5	29,3	91
Kontrolinis pavyzdys	16,4	106,8	29,8	90
TS 3353911-01-96 (norma I rūšiai)	16,6	Ne mažiau kaip 98,0	24,0-32,0	95±10

Lentelėje pateikti duomenys rodo, kad dėl antimikrobinio priedo siūlų savybės neblogėja, o tai ypač svarbu nestipriam acetatiniam siūlui.

Pasirinkto antimikrobinio organinio priedo 5-chlor-2- (2,4 – dichlorfenoksi) fenolio antimikrobines savybes ir trikotažo pavyzdžių su įvairiais šio priedo kiekiais antimikrobinį aktyvumą bei skalbimo poveikį šioms savybėms nustatė nepriklausomi ekspertai iš Kauno medicinos akademijos.

Priedo antimikrobinį veikimą nustato tiriant jo minimalią inhibicijos (slopinimo) koncentraciją (MIK) ir minimalią baktericidinę koncentraciją (MBK). Šis priedas turi platų antimikrobinio veikimo spektrą. Jautriausi yra gramteigiami prokariotai (stafilokokai), o atspariausi - gramneigiami prokariotai (pseudomonos). Mikroorganizmus šis priedas veikia mikrobocidiškai (žudo mikrobus) ir mikrobostatiškai (slopiną mikrobu augimą).

Acetatinio trikotažo su įvairiais patentuojamo priedo kiekiais antimikrobinį aktyvumą ir skalbimo poveikį šiai savybei tiria taip: trikotažo pavyzdžius mezga iš acetatinių siūlų be priedo (kontrolinis pavyzdys) ir su 0,3; 0,5; 0,7 ir 1,0 procento priedu. Pavyzdžius skalbia pagal LST EN 20105 - C01:1998. Tekstilės medžiagos. Nusidažymo atsparumas skalbimui. 1 bandymas.

Tyrimams paruošia pavyzdžius po vieno, penkių, dešimt ir dvidešimt skalbimų.

Trikotažo pavyzdžių antimikrobinį aktyvumą nustato standartinių mikroorganizmų kultūrų (prokariotinių ląstelių, t.y., nesporinių bakterijų (gramteigiamų- *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 ir gramneigiamų- *Escherichiae coli* ATCC 25922, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853), sporinių bakterijų (*Bacillus cereus* ATCC 8035 ir *Bacillus subtilis* ATCC 6633) bei mikroskopinių grybų (eukariotinės ląstelės – *Candida albicans* ATCC 60193) ir bakterijų klinikinių padermių atžvilgiu. Klinikines bakterijų padermes išskyrė iš pūlinėmis infekcijomis sergančių ligonių Kauno akademinėse klinikose.

Iš visų tyrimams pateiktų trikotažo pavyzdžių paruošia 2 cm skersmens diskus. Juos padeda ant sterilaus triptozės agaro paviršiaus Petrio lėkštelėse. Po to ant agaro paviršiaus su bandiniu pila 5 ml ištirpinto (50-55)° C temperatūros triptozės agaro, sumaišyto su vienos paros augimo test kultūros ar bakterijos klinikinės padermės suspensija. 1 ml turi būti 100000 bakterinių ląstelių. Užpiltai ant agaro paviršiaus terpei sustingus, Petrio lėkštelės inkubuojamos 24 val. 37° C temperatūroje. Pasėliai Saburo agare su *Candida albicans* inkubuojami 3 paras 25° C temperatūroje. Trikotažo antimikrobinį aktyvumą vertina pagal sterilios zonos, įrodančios, kad bakterijos neauga, skersmenį apie trikotažo pavyzdžių diskus. Mikrobiologinių tyrimų rezultatai pateikti 2 ir 3 lentelėse. Matome, kad ypač jautrūs yra pūlinės infekcijas sukeliantys stafilokokai. Trikotažo antistafilokokinis poveikis skalbiant palaipsniui mažėja, bet net po 20 skalbimų jis neišnyksta. Trikotažo pavyzdžių antimikrobinis aktyvumas *Escherichiae coli*, *Bacillus subtilis* atžvilgiu plaunant taip pat sumažėja nežymiai. Tačiau nustatyta, kad bandomieji pavyzdžiai neveikė *Pseudomona aeruginosa* ATCC 27853, *Bacillus cereus* ATCC 8035 ir *Candida albicans* ATCC ir šios bakterijos buvo atsparios. Tiriant antimikrobinį aktyvumą bakterijų klininių padermių atžvilgiu nustatyta, kad *Klebsiella pneumoniae* bakterijos yra mažai jautrios, nors didesnė antimikrobinio priedo koncentracija siūle jau slopina šių bakterijų augimą.

Trikotažo pavyzdžių antimikrobinis aktyvumas standartinių mikroorganizmų kultūrų atžvilgiu

2 lentelė

Standartinės mikroorganizmų kultūros	Priedo koncentracija, %	Sterilios zonos apie trikotažo diskus skersmuo, mm			
		Skalbimai			
		1	5	10	20
1	2	3	4	5	6
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	0,3	25,0	33,25	31,0	32,75
	0,5	45,0	44,0	45,0	44,0
	0,7	44,05	44,25	44,5	43,0
	1,0	49,5	45,75	45,75	44,25
<i>Escherichiae coli</i> ATCC 25922	0,3	22,75	22,25	21,5	22,25
	0,5	27,0	26,5	24,0	23,75
	0,7	27,25	26,5	26,75	24,75
	1,0	29,75	27,75	26,75	25,75
<i>Bacillus subtilis</i> ATCC 6633	0,3	27,0	26,0	24,75	24,75
	0,5	28,75	32,0	30,0	28,75
	0,7	33,75	33,75	32,5	29,25
	1,0	35,25	34,25	33,5	32,25
<i>Bacillus cereus</i> ATCC 8035	Visose koncentracijose	0	0	0	0
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> ATCC27853	Visose koncentracijose	0	0	0	0
<i>Candida albican</i> ATCC 60193	Visose koncentracijose	0	0	0	0

**Trikotažo pavyzdžių antimikrobinis aktyvumas bakterijų
klinikinių padermių atžvilgiu**

3 lentelė

Standartinės mikroorga- nizmų kultūros	Priedo koncen- tracija, %	Sterilios zonos apie trikotažo diskus skersmuo, mm			
		Skalbimai			
		1	5	10	20
<i>Staphyloco- ccus aureus</i>	0,3	24,7	33,43	32,0	32,0
	0,5	45,0	44,3	44,4	44,0
	0,7	44,3	44,1	44,1	43,0
	1,0	49,9	45,43	45,3	44,1
<i>Staphyloco- ccus epidermis</i>	0,3	24,8	33,6	32,0	31,8
	0,5	45,0	44,2	44,4	43,6
	0,7	44,4	44,0	43,6	42,8
	1,0	50,2	45,6	45,2	44,2
<i>Klebsiella pneumonia</i>	0,3	0	0	0	0
	0,5	0	0	0	0
	0,7	20,4	0	0	0
	1,0	22,6	21,8	20,0	

Visuose kontroliniuose pasėliuose su trikotažo pavyzdžiais be priedų antimikrobinio aktyvumo požymių nebuvo.

2 ir 3 lentelėse pateiktų tyrimų rezultatai rodo, kad acetatiniai siūlai su antimikrobinio organinio priedu pasižymi aktyviu antimikrobinio poveikiu įvairiems mikroorganizmams ir šios savybės išlieka gaminius daug kartų skalbiant.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

Acetatiniai antimikrobiniai siūlai iš acetilceliuliozės ir antimikrobinio organinio priedo, **b e s i s k i r i a n t y s** tuo, kad antimikrobinis organinis priedas yra 5- chlor-2-(2,4- dichlorfenoksi) fenolis, o šių siūlų sudėtis masės procentais yra ši:

acetilceliuliozė	86,9-89,4;
antimikrobinis organinis priedas	0,3-2,5;
riebiklis	2,7-3,3;
acetonas	0,3-0,7;
vanduo	iki 100.