



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(19) **RU** (11) **2 340 710** (13) **C2**

(51) МПК

*D01F 2/02* (2006.01) *D06M 15/263* (2006.01)  
*D01F 1/10* (2006.01) *D04H 3/00* (2006.01)  
*D01F 11/02* (2006.01) *C08J 5/20* (2006.01)  
*C08J 5/18* (2006.01)  
*A22C 13/00* (2006.01)  
*D21H 27/08* (2006.01)  
*D06M 11/42* (2006.01)  
*D06M 11/44* (2006.01)  
*D06M 11/46* (2006.01)  
*D06M 13/188* (2006.01)

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: **2005134210/04, 01.04.2004**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**01.04.2004**

(30) Конвенционный приоритет:  
**04.04.2003 DE 10315749.2**

(43) Дата публикации заявки: **10.05.2006**

(45) Опубликовано: **10.12.2008 Бюл. № 34**

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **WO 0063470 A, 26.10.2000. DE 10140772 A, 13.03.2003. JP 3054234 A, 08.03.1991. SU 168849 A, 10.03.1965.**

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу:  
**07.11.2005**

(86) Заявка РСТ:  
**EP 2004/003466 (01.04.2004)**

(87) Публикация РСТ:  
**WO 2004/088009 (14.10.2004)**

Адрес для переписки:  
**129090, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3,  
ООО "Юридическая фирма Городисский и  
Партнеры", пат.пов. Е.Е.Назиной**

(72) Автор(ы):

**БЮТТНЕР Райнер (DE),  
МАРКВИТЦ Харди (DE),  
КНОБЕЛЬСДОРФ Кармен (DE),  
БАУЭР Ральф (DE),  
МАЙСТЕР Франк (DE)**

(73) Патентообладатель(и):

**ТЮРИНГИШЕС ИНСТИТУТ ФЮР ТЕКСТИЛЬ-  
УНД КУНСТШТОФФ-ФОРШУНГ Е.Ф. (DE)**

## (54) ФОРМОВАННОЕ ИЗДЕЛИЕ ИЗ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ С ФУНКЦИОНАЛЬНЫМ ДЕЙСТВИЕМ И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии получения формованных изделий из целлюлозы с функциональным действием, в частности, волокон или пленок и может быть использовано в медицине для гигиенических целей и одежды. Волокна или пленки с включенным ионообменником нагружают бактерицидно действующими ионами металлов

и/или ионными фармацевтическими активными веществами таким образом, что создается депо этих активных веществ в изделии. При использовании таких изделий в водных растворах они вновь выделяют активные вещества в течение периода времени на уровне соответствующей равновесной концентрации. 3 н. и 10 з.п. ф-лы, 10 табл.

RUSSIAN FEDERATION



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 340 710** <sup>(13)</sup> **C2**

(51) Int. Cl.

<i>D01F 2/02</i> (2006.01)	<i>D06M 15/263</i> (2006.01)
<i>D01F 1/10</i> (2006.01)	<i>D04H 3/00</i> (2006.01)
<i>D01F 11/02</i> (2006.01)	<i>C08J 5/20</i> (2006.01)
<i>C08J 5/18</i> (2006.01)	
<i>A22C 13/00</i> (2006.01)	
<i>D21H 27/08</i> (2006.01)	
<i>D06M 11/42</i> (2006.01)	
<i>D06M 11/44</i> (2006.01)	
<i>D06M 11/46</i> (2006.01)	
<i>D06M 13/188</i> (2006.01)	

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2005134210/04, 01.04.2004**

(24) Effective date for property rights: **01.04.2004**

(30) Priority:  
**04.04.2003 DE 10315749.2**

(43) Application published: **10.05.2006**

(45) Date of publication: **10.12.2008 Bull. 34**

(85) Commencement of national phase: **07.11.2005**

(86) PCT application:  
**EP 2004/003466 (01.04.2004)**

(87) PCT publication:  
**WO 2004/088009 (14.10.2004)**

Mail address:  
**129090, Moskva, ul. B.Spaskaja, 25, str.3,  
OOO "Juridicheskaja firma Gorodisskij i  
Partnery", pat.pov. E.E.Nazinoj**

(72) Inventor(s):  
**BJuTTNER Rajner (DE),  
MARKVITTs Khardi (DE),  
KNOBEL'SDORF Karmen (DE),  
BAUEhR Ral'f (DE),  
MAJSTER Frank (DE)**

(73) Proprietor(s):  
**TJuRINGISHES INSTITUT FJuR TEKSTIL'-UND  
KUNSTShTOFF-FORShUNG E.F. (DE)**

(54) **ARTICLE MOULDED FROM CELLULOSE WITH FUNCTIONAL ACTION AND METHOD OF OBTAINING IT**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: fibre or a film with an ion exchanger is dipped into bactericidal active metal ions and/or ions of pharmaceutical active substances such that, a depot of these active

substances is formed in the article.

EFFECT: when using such articles in aqueous solutions, they separate active substances in a period of time at the level corresponding to equilibrium concentration.

13 cl, 10 tbl, 10 ex

RU 2 340 710 C2

RU 2 340 710 C2

Изобретение касается формованного изделия и профиля из целлюлозы и способа получения целлюлозных формованных изделий и профилей способом сухой и мокрой экструзии с улучшенным и расширенным функциональным действием, в особенности для использования в медицине, для гигиенических целей, одежде, при производстве бумаги и упаковки.

При этом функциональное действие касается равномерного и точно дозируемого бактерицидного действия, в особенности для прядильных изделий, одежды для спорта и отдыха, текстиля для больниц, фильтровальной и упаковочной бумаги.

Известно, что ионы тяжелых металлов, например ионы серебра, ртути, меди, цинка и циркония оказывают стерилизующий эффект или замедляют рост микроорганизмов, таких как бактерии, вирусы, грибы и споры (Thurman et. al., CRC Crit. Rev. In Environ. Contr. 18(4), S. 295-315 (1989)). Особенный интерес для бактерицидного действия представляют ионы серебра. Решающее преимущество ионов серебра по сравнению с другими бактерицидно действующими ионами металлов, как, например,  $Hg^{2+}$ , состоит в полной невосприимчивости метаболизма человека по отношению к серебру. Бактерицидно действующая концентрация серебра составляет 0,01 - 1 мг/л (Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry (5.Aufl.), VCH 1993, Volume A 24, S.160).

Это действие ионов серебра уже давно используют для различного назначения. При получении текстильных волокон серебро осаждают, например, гальваническим способом, на поверхность полиамидной комплексной нити. Обработка гальванически посеребренной полиамидной комплексной нити на вязальных и трикотажных машинах является проблематичной, т.к. на нитенаправляющем устройстве частично осаждается слой серебра полиамидной комплексной нити, что приводит к частым остановкам машины. Другая известная возможность состоит во введении металлического серебра, цеолитного серебра или серебряной стеклокерамики в матрицу формованных из расплава волокон, таких как полипропиленовые волокна, полиэфирные волокна и полиамидные волокна (Taschenbuch fur die Textil-Industrie 2003, Schiele & Schön Berlin, S. 124 ff).

Для акриловых волокон также было предложено использование цеолитного серебра и серебряной стеклокерамики. На рынке также имеются целлюлозные волокна с бактериостатическими или бактерицидными свойствами. Посредством присоединения триклозана (2,4,4-трихлор(II)-гидроксифениловый эфир) к волокнам целлюлозы получают перманентно бактериостатические волокна (ITV Intenational Textile Bulletin 3/2002). Это вещество является эффективным против бактерий, обычно присутствующих на коже, включая болезнетворные бактерии рода стафилококков.

В патенте Германии 10140772 описан способ получения формованных изделий и профилей из целлюлозы с включенными водорослями. Формованные изделия могут адсорбировать металлы из сред, содержащих тяжелые металлы. Нагруженные тяжелыми металлами формованные изделия могут быть использованы в качестве антибактериального и/или фунгицидного материала. Содержание этого тяжелого металла, адсорбированного в формованном изделии из целлюлозы, составляет, по меньшей мере, около 70 мг/кг в расчете на общий вес формованного изделия из целлюлозы.

Далее было показано, что путем обмена волокна с содержанием бурых водорослей 11,39 мас.% в расчете на вес волокна в 0,05 М растворе  $AgNO_3$  достигают содержания серебра 1885 мг/кг волокна. Так как водоросли являются природным продуктом, изменяется относительно ограниченная способность связывания тяжелых металлов. При связывании тяжелых металлов водорослями играют роль различные механизмы связывания, такие как ионный обмен, комплексообразование и другие неизвестные реакции. Поэтому связывание тяжелых металлов водорослями является неспецифичным. Другим недостатком этих волокон является то, что для бактерицидного действия у них могут использоваться только катионы, а никак не анионы, как, например, бензойная кислота и сорбиновая кислота.

Заявка WO 00/63470 касается способа получения формованных изделий из целлюлозы с высокой адсорбционной способностью, причем к формованному изделию, полученному

лиоцельным способом, добавляют коммерчески доступный ионообменник с размером зерен, равным или большим 25 мкм. Далее описана адсорбция ионов тяжелых металлов, а именно меди и свинца, с емкостью 0,01 ммоль/г при использовании анионообменников на основе сополимера стирола и дивинилбензола.

5 Реферат патента Японии 0152. Nr.01 (C-0834) JP 3054234 описывает получение композиции целлюлозы с функцией ионообменника, пригодной в качестве средства, связывающего ионы металла, посредством смешивания специфической регенерированной целлюлозы, анионного полимера и отвердителя смеси.

10 Задачей изобретения является получение формованного изделия или профиля из целлюлозы и способ получения формованных изделий или профилей из целлюлозы с функциональным действием, в особенности для использования в медицине, для гигиенических целей и одежды, которое характеризуется бактерицидным действием и которое в особенности связано с преимуществом воздухопроницаемой одежды. Другая задача состоит в том, чтобы удерживать биологически активное вещество в текстильном

15 "депо" и обеспечивать достаточное поступление этого вещества из депо через определенное время. Передаваемая концентрация активного вещества должна быть регулируемой. С другой стороны, формованные изделия или профили, изготовленные способом согласно изобретению, в особенности волокна и пленки, должны быть изготовлены таким образом, чтобы они, благодаря своей высокой адсорбционной

20 способности к биологически активным веществам, были пригодны для получения перевязочных материалов, пластырей, гигиенических изделий, текстиля, специальной бумаги и упаковочных материалов. Наконец, нетканые материалы должны изготавливаться также из смесей с другими волокнами.

Другие преимущества следуют из следующего описания.

25 Эта задача для вышеназванного способа согласно изобретению решается тем, что целлюлозное формованное изделие с активным ингредиентом, полученное формованием способом сухой - мокрой экструзии и содержащее включенный слабосшитый катионоактивный ионообменник, нагружают биологически активным веществом. Неожиданно было обнаружено, что связывающая способность для названных биологически

30 активных веществ решающим образом зависит от степени сшивки ионообменника. Так, связывающая способность катионоактивных биологически активных веществ, например серебра, может быть увеличена более чем вдвое, если используют полиакрилаты, слабосшитые многофункциональным сшивающим агентом.

Под слабосшитыми ионообменниками в контексте данного изобретения понимают

35 ионообменники, характеризующиеся уменьшенным количеством сшивающего агента. Обычные ионообменные смолы характеризуются количеством сшивающего агента от 4 до 12 вес.% в расчете на массу ионообменной смолы. Слабосшитые ионообменники в контексте данного изобретения характеризуются количеством сшивающего агента от 0,1 до 2 вес.%, предпочтительно 0,3-1,5 вес.%, особенно предпочтительно 0,5-1,2 вес.%.

40 Слабосшитые ионообменные смолы также характеризуются тем, что они очень сильно набухают в водных растворах. Обычные ионообменные смолы с вышеуказанным количеством сшивающего агента характеризуются меньшей степенью набухания.

Волокна, изготовленные с присоединенным слабосшитым катионообменником, превосходят по своей связывающей способности ионов серебра бурые водоросли из

45 патента Германии 10140 вплоть до 28 раз. Вследствие этого имеется возможность получать волокна и пленки, которые могут быть высоконагруженными катионоактивными бактерицидными веществами, например, ионами серебра. Волокно с 15 мас.% включенного слабосшитого катионообменника может быть нагружено примерно 80 г серебра. Возможна нагрузка волокна серебром > 100 г Ag/kg волокна при соответствующем повышении

50 массового количества включенного слабосшитого катионообменника.

Эти волокна затем могут быть путем смешивания соединены с другими волокнами, например, хлопком или синтетическими волокнами, с получением нити с желаемым содержанием серебра. Этот способ позволяет очень экономично получать нити с

бактерицидным действием.

Однако включение в волокно ионообменника в увеличенном количестве приводит к отрицательному влиянию на физические параметры текстиля, такие как прочность, относительное удлинение и прочность в петле. В особенности прочность и прочность в петле уменьшаются с увеличением количества включенного ионообменника.

Поэтому также имеется экономический интерес производить волокна, нагруженные серебром, которые по своим физико-механическим свойствам, как прочность и прочность в петле приближаются к свойствам, которыми характеризуются волокна, не содержащие ионообменника.

С помощью данного изобретения становится возможным изготавливать волокна, характеризующиеся достаточным содержанием серебра в расчете на волокно, чтобы проявлять удовлетворительное бактерицидное действие, однако не обнаруживать недостатков, касающихся физических параметров текстиля. Согласно изобретению в волокне с 0,5-1,5 мас.% (в расчете на целлюлозную массу волокна) включенного слабосшитого катионообменника может быть связано от 5000 до 10000 мг Ag/кг волокна. Волокна такого рода характеризуются полностью достаточным бактерицидным действием в известных до сих пор областях применения и по своим физико-механическим параметрам равноценны немодифицированному волокну. Переработка этих волокон и изготавливаемых из них нитей возможна на всех текстильных машинах.

Если вместо слабосшитых катионообменников используют ионообменники на основе карбоксильных групп сополимера акриловой кислоты и дивинилбензола или иминодиуксусной кислоты, способной образовывать хелатные комплексы и связанной сополимером стирола и дивинилбензола, как описано в патенте Германии 19917614, получают волокна, сопоставимые по своему бактерицидному действию. Однако способность к поглощению ионов серебра составляет менее 50% таковой у вышеупомянутых слабосшитых катионообменников.

Мерой ожидаемого бактерицидного действия волокон или нитей является равновесная концентрация биологически активного вещества, как, например, ионы серебра, в водных растворах.

С этой целью волокна или нити, нагруженные ионами серебра, помещают в дистиллированную воду с температурой 20°C, и измеряют равновесную концентрацию ионов серебра через 24 часа. В таблице 1 представлены равновесные концентрации ионов серебра и нагрузка волокна серебром при использовании слабосшитого катионообменника и известного ионообменника, сшитого дивинилбензолом. Показано, что равновесная концентрация ионов серебра превышает концентрацию 0,01-1 мг/л, необходимую для бактерицидного действия. Равновесная концентрация может быть установлена путем смешивания с другими волокнистыми материалами каждый раз до требуемой концентрации.

Таблица 1		
Количество ионообменника, мас. %	Содержание Ag в волокне [г/кг]	Равновесная концентрация [мг/л Ag <sup>+</sup> ]
Ионообменник с -COOH-группами	13,5	2,9
Ионообменник с хелатирующими группами	17,5	3,6
Слабосшитый катионообменник (согласно изобретению)	36,5	2,7

Как видно из таблицы 1, для волокон согласно изобретению получают равновесную концентрацию, необходимую для антимикробного эффекта, при одновременном повышенном содержании Ag в волокне. Преимущества этого очевидны. При использовании волокон постоянно поступают свободные ионы Ag, причем равновесная концентрация сохраняется с течением времени благодаря имеющемуся в волокне Ag. Посредством повышенного пролонгированного действия волокна согласно изобретению, таким образом, может сохраняться равновесная концентрация в течение более продолжительного периода времени.

Если в волокно включают слабосшитый катионообменник и сильнощелочной

анионообменник на основе сополимера стирола с дивинилбензолом с триалкиламмонийными группами в форме хлорида, то волокно может быть нагружено катионоактивными и анионоактивными бактерицидно действующими ионами, как, например, ионами серебра и бензойной или сорбиновой кислотой.

5 Вследствие этого возможно, помимо использования ионов серебра, использовать анионоактивные биологически активные вещества, как, например, бензойная или сорбиновая кислота. Их токсикологическая безопасность доказана во многих работах, и поэтому они разрешены для непосредственного использования в продуктах питания (Wallhäußer, Sterilisation, Desinfektion, Konservierung (4. Aufl.) Thieme 1988, S.396). Переработка аппретированного волокна такого рода при изготовлении бумаги или  
10 получении пленок позволяет изготавливать антимикробную упаковку для продуктов питания.

Также возможно использование этого волокна, функционализованного катионоактивными биологически активными веществами, в медицинских целях. Так, эти  
15 волокна могут связывать биологически активные вещества, например, никотин. Волокна могут быть переработаны в форму пластыря и использоваться в качестве чрескожной терапевтической системы.

Нагружение функционализованного волокна может происходить посредством погружения в раствор с соответствующими ионами. При этом погружение может  
20 осуществляться как в периодическом режиме, так и непрерывно. При непрерывном погружении предпочтительно разрезанное волокно нагружают в специальной ванне для последующей обработки.

Для дальнейшего пояснения изобретения и его существенных свойств служат следующие примеры.

#### 25 Пример 1

К 12 мас.%-ному раствору целлюлозы в N-метилморфолин-N-оксид-моногидрате добавляют порошкообразный слабосшитый катионообменник на основе сшитого сополимера акриловой кислоты и акрилата натрия с величиной зерен < 10 мкм в весовом  
30 количестве 15 мас.% в расчете на количество целлюлозы. Этот прядильный раствор гомогенизируют в смесителе и прядут при температуре 90°C с помощью прядильной фильеры с 480 отверстиями и диаметром прядильного отверстия фильеры 80 мкм. Скорость формования составляет 30 м/мин. Комплексная нить проходит через несколько промывочных ванн для отмывки от N-метилморфолин-N-оксида. Волокна центрифугируют или высушивают вращением и нагружают 10 л 0,1 М раствора нитрата серебра на кг  
35 волокнистого материала. После нагружения волокно центрифугируют и отмывают от прилипшего нитрата серебра. Затем волокно сушат при температуре около 80°C.

Тонина	дтекс	0,7
Разрывная прочность	сН/текс	22,5
Относительное удлинение	%	14,8
40 Разрывная прочность нити в петле	сН/текс	7,5
Содержание серебра	г/кг волокна	80

Таблица 2 показывает параметры волокна и содержание серебра в волокне. Одно столь  
45 сильно нагруженное волокно имеет преимущество, а именно, посредством смешения волокна с другими текстильными волокнами, например хлопком, могут быть получены очень экономичные, содержащие серебро нити. При содержании около 5000 мг Ag/кг нити серебряное волокно может быть разбавлено путем смешения с другим волокном в 16 раз.

Нити, полученные таким образом, могут очень хорошо перерабатываться на вязальных и трикотажных машинах в противоположность гальванизированным полиамидным нитям.

#### 50 Пример 2

Волокна прядут по примеру 1 с титром 0,17 текс и содержанием слабосшитого катионообменника 6 мас.% в расчете на количество целлюлозы. Это волокно по примеру 1  
нагружают ионами серебра. Параметры волокна приведены в таблице 3.

Пример 3

Волокна изготавливают по примеру 1 с титром 0,5 текс и содержанием слабосшитого катионообменника 0,5 мас.% в расчете на количество целлюлозы. Нагружение ионами серебра проводят по примеру 1. Параметры волокна приведены в таблице 3. Для сравнения в таблице 3 приведено волокно, изготовленное без слабосшитого катионообменника.

Таблица 3				
		Пример 2	Пример 3	Волокно без слабосшитого катионообменника
Тонина	дтекс	0,17	0,5	0,5
Разрывная прочность	сН/текс	35,8	37,6	38,1
Относительное удлинение (сух.)	%	13,0	11,4	11,8
Разрывная прочность нити в петле	сН/текс	8,2	9,1	9,5
Содержание серебра	г/кг волокна	36,6	4,6	-

Из примеров 1-3 следует, что содержание серебра в волокне с содержанием слабосшитого катионообменника может регулироваться в широких границах. Даже с 0,5 мас.% можно достигнуть еще более высокого содержания серебра. Влияние 0,5 мас.% слабосшитого катионообменника на текстильные параметры волокна незначительно.

Пример 4 (сравнительный пример)

К целлюлозной мезге в 60%-ном водном N-метилморфолин-N-оксиде добавляют водную суспензию слабокислого макропористого катионообменника на основе сополимера стирола и дивинилбензола с хелатирующими группами иминодиуксусной кислоты в такой концентрации, что формованные волокна содержат 6 мас.% в расчете на количество целлюлозы. Волокна после прядения промывают и нагружают ионами серебра, как описано в примере 1. В таблице 4 приведены параметры волокна.

Таблица 4

		Пример 4	Пример 5
Тонина	дтекс	0,5	0,5
Разрывная прочность	сН/текс	31,2	30,9
Относительное удлинение (сух.)	%	14,2	13,5
Разрывная прочность нити в петле	сН/текс	9,1	8,5
Содержание серебра	г/кг волокна	17,5	13,6

Пример 5 (сравнительный пример)

Аналогично примеру 4 добавляют к мезге 6 мас.% слабокислого макропористого катионообменника на основе сшитого полиакрилата в натриевой форме, так что формованное волокно содержит 6 мас.% ионообменника в расчете на целлюлозу, промывают это волокно, нагружают ионами серебра, как описано в примере 1, и получают волокно с 13,6 г Ag/кг волокна. На примере 5 неожиданно отчетливо видно, что ионообменник на основе полиакрилата поглощает менее половины ионов серебра, чем слабосшитый катионообменник на основе полиакрилата. Увеличение связывающей способности более чем на 100% вносит явные технологические и экономические преимущества вследствие того, что малое количество слабосшитого катионообменника в волокне едва влияет на физические параметры текстиля, с другой стороны, вследствие высокого поглощения ионов серебра волокно может быть очень экономично переработано путем смешения с другими волокнами.

Пример 6

Волокно со слабосшитым катионообменником, а также обычным ионообменником из уровня техники, полученное по примерам 1-5, было нагружено ионами серебра, меди (II) и цинка. Результаты приведены в таблице 5.

Таблица 5			
Волокно, включающее:	Содержание металла, г/кг волокна		
	медь	серебро	серебро/цинк
20 мас.% ионообменника по примеру 4 (сравнительный пример)	23,7	57,1	23,9/27,5
20 мас.% ионообменника по примеру 5 (сравнительный пример)	11/5	41,7	36,4/24,5
15 мас.% слабосшитого катионообменника, как в примерах 1-3	25,5	85,8	59,5/30,5

Волокна, нагруженные ионами меди, серебра или комбинацией ионов серебра и цинка могут быть использованы в качестве бактерицидных волокон.

Пример 7

К 11 мас.%-ному раствору целлюлозы в N-метилморфолин-N-оксид-моногидрате добавляют суспензию слабосшитого катионообменника на основе сшитого сополимера из акриловой кислоты и акрилата натрия и сильноосновного анионообменника на основе сополимера стирола и дивинилбензола с триалкиламмонийными группами в форме хлорида в 85%-ном N-метилморфолин-N-оксиде в такой концентрации, что прядильный раствор содержит 11 мас.% целлюлозы и в расчете на целлюлозу 8 мас.% слабосшитого катионообменника и 8 мас.% анионообменника. После гомогенизации прядильный раствор прядут по примеру 1 с титром 0,5 текс. Волокно имеет прочность 26,3 сН/текс, относительное удлинение 12,1% и разрывную прочность 8,6 сН/текс.

Содержание серебра составляет 52,4 г серебра/кг волокна, и содержание бензоата составляет 16,6 г бензоата/кг волокна. Это волокно характеризуется очень сильным бактерицидным действием. Пример показывает пригодность волокна согласно изобретению для комбинированного использования волокна, нагруженного анионообменником и катионообменником из уровня техники.

Пример 8

Ионообменные волокна или пленки согласно изобретению, с включенным катионообменником, полученные по примеру 2, нагружают никотином. Нагруженные волокна или пленки промывают и сушат. Эти волокна или пленки могут быть переработаны с образованием текстильного депо и использоваться в качестве чрескожных терапевтических систем.

Пример 9

Волокна, изготовленные по примеру 1, были испытаны на бактерицидное действие по методике определения из European Pharmacopoeia (EP 2002), Charter 2.6.12, Bioburden determination.

Была испытана бумага, содержащая волокна по примеру 1 в таком количестве, что градация содержания серебра в бумаге составляла 190 мг Ag/кг, 760 мг Ag/кг и 3800 мг Ag/кг бумаги. Испытания проводили на следующих микроорганизмах (таблицы 6-9):

*Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027

*Staphylococcus aureus* ATCC 6538

*Bacillus subtilis* spores ATCC 6633

*Fusarium solani* spores ATCC 36031

Содержание серебра	Количество микробов после инкубационного периода			
	0 мин	1 день	3 дня	7 дней
Сравнительная проба	$6,9 \times 10^4$	$7,8 \times 10^4$	$5,9 \times 10^5$	$4,5 \times 10^4$
190 мг Ag/кг	$8,9 \times 10^4$	$4,5 \times 10^3$	77	<10
760 мг Ag/кг	$7,7 \times 10^4$	$1,3 \times 10^3$	<10	<10
3800 мг Ag/кг	$8,7 \times 10^4$	$3,3 \times 10^2$	<10	<10

Содержание серебра	Количество микробов после инкубационного периода			
	0 мин	1 день	3 дня	7 дней
Сравнительная проба	$1,1 \times 10^5$	$1,2 \times 10^5$	$1,4 \times 10^5$	$9,6 \times 10^4$
190 мг Ag/кг	$1,3 \times 10^5$	$1,1 \times 10^5$	$4,6 \times 10^3$	36
760 мг Ag/кг	$1,4 \times 10^5$	$8,8 \times 10^4$	$4,8 \times 10^3$	<10
3800 мг Ag/кг	$1,2 \times 10^5$	$4,9 \times 10^4$	$1,1 \times 10^3$	<10

Содержание серебра	Количество микробов после инкубационного периода			
	0 мин	1 день	3 дня	7 дней
Сравнительная проба				
190 мг Ag/кг				
760 мг Ag/кг				
3800 мг Ag/кг				



Сравнительная проба	1,6 x 10 <sup>5</sup>	1,7 x 10 <sup>5</sup>	1,6 x 10 <sup>5</sup>	1,7 x 10 <sup>5</sup>
190 мг Ag/кг	1,6 x 10 <sup>5</sup>	1,2 x 10 <sup>5</sup>	1,0 x 10 <sup>4</sup>	<10
760 мг Ag/кг	1,2 x 10 <sup>5</sup>	7,8 x 10 <sup>4</sup>	7,3 x 10 <sup>3</sup>	<10
3800 мг Ag/кг	1,6 x 10 <sup>5</sup>	8,8 x 10 <sup>4</sup>	1,4 x 10 <sup>3</sup>	<10

5

Содержание серебра	Количество микробов после инкубационного периода			
	0 мин	1 день	3 дня	7 дней
Сравнительная проба	1,3 x 10 <sup>5</sup>	1,2 x 10 <sup>5</sup>	1,2 x 10 <sup>5</sup>	1,3 x 10 <sup>5</sup>
190 мг Ag/кг	1,1 x 10 <sup>5</sup>	9,5 x 10 <sup>4</sup>	9,7 x 10 <sup>4</sup>	1,6 x 10 <sup>4</sup>
760 мг Ag/кг	1,2 x 10 <sup>5</sup>	1,1 x 10 <sup>5</sup>	8,4 x 10 <sup>4</sup>	1,7 x 10 <sup>4</sup>
3800 мг Ag/кг	1,3 x 10 <sup>5</sup>	8,8 x 10 <sup>4</sup>	7,7 x 10 <sup>4</sup>	1,1 x 10 <sup>4</sup>

10

Во всех результатах измерения количества микробов из таблиц 6-9 ошибка измерения составляет 10%.

15

В качестве сравнительной пробы использовали бумагу без волокон, содержащих серебро. Для всех тестов на микроорганизмы могла быть доказана зависимость микробицидного действия применительно к продолжительности действия и концентрации нагруженного серебром. Как и следовало ожидать, *Bacillus subtilis spores* показали наибольшую резистентность. Но для них также было достигнуто уменьшение количества микробов.

20

Пример 10

Волокна, изготовленные по примеру 1, пряжи с хлопком с образованием пряжи для чулок с титром Nm (Nm) 68/1 и содержанием серебра 1300 мг Ag/кг пряжи. Из этой пряжи изготавливали трикотажный рукав и испытывали его на бактерицидное действие (образец 31444083). Испытание проводили по методике определения SN 195924. Тестируемыми микроорганизмами были *Lactobacillus brevis* DSM 20054. В качестве сравнительного образца использовали антимикробно не обработанную хлопковую ткань (таблица 10). Было проведено в каждом случае 5 измерений одинаковых образцов материалов, а также сравнительного образца.

30

Обозначение образца	lg КВЕ после x часов контакта					Значение АЕ		Оценка
	0	0 средняя величина	2	6	24	АЕ6	АЕ24	
Контроль 1	7,0	6,9	7,3	8,0	9,3	-1,1	-2,4	
Контроль 2	6,8		7,2	8,0	9,3	-1,1	-2,4	
Контроль 3	7,0		7,3	8,0	9,3	-1,1	-2,4	
Контроль 4	7,0		7,0	8,0	9,4	-1,1	-2,5	
Контроль 5	6,7		6,9	8,1	9,2	-1,2	-2,3	
3144408.1	6,9	6,9	6,2	3,0	4,2	3,9	2,7	+
3144408.2	6,9		6,4	3,5	6,1	3,4	0,8	+
3144408.3	6,9		6,2	4,5	4,0	2,9	2,9	+
3144408.4	7,0		6,2	3,0	6,2	3,0	0,7	+
3144408.5	7,0		6,1	3,5	6,2	3,4	0,7	+

35

40

45

КВЕ = число колониеобразующих единиц тестируемых бактерий,

АЕ = антимикробная активность

Критерии оценки:

24-часовое значение контроля за ростом микроорганизмов (сравнение со стандартной тканью) должно иметь значение, по меньшей мере, на два порядка больше исходной величины (АЕ<-2). Антимикробное действие имеется, если значение КВЕ составляет максимально 0,5 десятичного логарифма выше средней величины значения КВЕ для нулевого времени контакта, т.е. АЕ<sub>5,24</sub> > -0,5.

50

Антимикробное действие достигается, если для тестируемых микроорганизмов, по

меньшей мере, 4-5 отдельных значений КВЕ для каждого времени контакта показывает антимикробное действие. Эти требования выполнены по результатам испытаний образца № 3144408 трикотажного рукава.

5

## Формула изобретения

1. Способ получения формованного изделия из целлюлозы с функциональным действием способом сухой и мокрой экструзии, отличающийся тем, что целлюлозные волокна или пленки, включающие, по меньшей мере, один присоединенный, слабосшитый катионактивный ионообменник, имеющий от 0,1 до 2 вес.% сшивающего агента, нагружают

10

бактерицидно действующими ионами металлов и/или ионными фармацевтическими активными веществами таким образом, что создается депо этих активных веществ в волокнах, и оно при использовании этих волокон и пленок в водных растворах вновь выделяет активные вещества в течение периода времени на уровне соответствующей

равновесной концентрации.

15

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что слабосшитый катионактивный ионообменник представляет собой полиакрилат.

3. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что в качестве ионов металла используют ионы серебра.

4. Способ по п.3, отличающийся тем, что в качестве ионов металла используют другие бактерицидно действующие ионы металла, в особенности ионы меди, ртути, циркония или

20

цинка.

5. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что ионные фармацевтические активные вещества представляют собой анионактивные вещества, в особенности бензойную или сорбиновую кислоту.

25

6. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что концентрация активного вещества находится в области от 0,005 до > 100 г активного вещества/кг формованного изделия или профиля.

7. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что волокна, нагруженные активным веществом, смешивают с текстильными волокнами и перерабатывают до получения

30

готового изделия.

8. Способ по п.7, отличающийся тем, что текстильные волокна выбраны из группы, включающей хлопок, шерсть, полиэфирные волокна, полиамидные волокна, полиакриловые волокна, полипропиленовые волокна и регенерированные целлюлозные

35

волокна.

9. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что формованное изделие или профиль из целлюлозы дополнительно содержит катионактивный и/или анионактивный ионообменник.

10. Формованное изделие или профиль из целлюлозных волокон или пленок с функциональным действием, полученное способом по п.1, отличающееся тем, что оно включает слабосшитый катионактивный ионообменник, причем ионообменник нагружен бактерицидно действующими ионами металлов и/или ионными фармацевтическими активными веществами, и далее формованное изделие или профиль в водных растворах выделяет ионы металлов и/или активные вещества в течение периода времени на уровне соответствующей равновесной концентрации.

40

11. Формованное изделие или профиль из целлюлозы по п.10, отличающееся тем, что ионы металла, по меньшей мере, частично являются ионами серебра.

45

12. Изделие плоской формы, содержащее, по меньшей мере, частично или полностью формованное целлюлозное изделие или профиль по одному из пп.10 и 11.

13. Изделие плоской формы по п.12, отличающееся тем, что изделием плоской формы является бумага, колбасная оболочка или нетканый материал.

50