



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2010 00143

(22) Data de depozit: 16.02.2010

(41) Data publicării cererii:
30.08.2011 BOPI nr. 8/2011

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA TEHNICĂ
"GHEORGHE ASACHI" DIN IAȘI,
BD.PROF.D.MANGERON NR. 67, IAȘI, IS,
RO

(72) Inventatori:
• GRIGORIU ANA-MARIA, STR. SF. LAZĂR
NR. 11, BL. J 1-2, SC.J 2, ET.3, AP.13, IAȘI,
IS, RO;

• RACU CRISTINA, STR. A. PANU NR.23,
BLOC MUNTENIA, SC.B, ET.8, AP.23, IAȘI,
IS, RO;
• DIACONESCU MARIANA RODICA,
STR. SARARIEI NR.134A, IAȘI, IS, RO;
• GRIGORIU AURELIA,
STR. SFÂNTUL LAZĂR NR.11, BL. J 1-2,
SC.J2, ET.3, AP.13, IAȘI, IS, RO

(54) PROCEDUL DE OBTINERE A UNOR TEXTILE MEDICALE
CELULOZICE CU PROPRIETĂȚI ANTIMICROBIENE

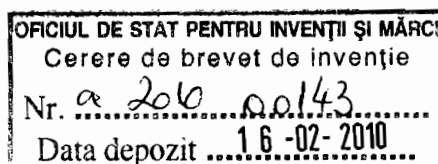
(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor țesături celulozice cu proprietăți antimicrobiene. Procedul conform invenției constă din tratarea țesăturilor din in și cânepă, în două etape, o primă etapă de grefare a suportului textil cu o soluție conținând 50...150 g/l monoclorotriazinil-beta- ciclodextrină și 10...100 g/l Na₂CO₃, timp de 5...10 min, sub agitare, urmată de stoarcere, uscare și fixare 5...15 min la 90...150°C, după care țesătura se spală repetat până la pH 6,5...7, se usucă, și urmează a doua etapă de

formare a unui complex de incluziune a monoclorotriazinil-beta-ciclodextrinei cu alantoină, prin imersarea suportului textil într-o soluție apoasă conținând 7...12 g/l alantoină, timp de 1...3 h, sub agitare, după care excesul de alantoină se îndepărtează prin spălarea țesăturii și extragerea timp de 5 h în apă la cald, și, în final, țesătura se usucă la temperatura camerei.

Revendicări: 3





PROCEDEU DE OBTINERE A UNOR TEXTILE MEDICALE CELULOZICE CU PROPRIETĂȚI ANTIMICROBIENE

Invenția se referă la un procedeu de obținere de țesături liberiene (din in și cânepă) cu proprietăți antimicrobiene și aparține domeniului finisării chimice textile.

Utilizarea textilelor în medicină are o lungă tradiție, în special pentru îngrijirea rănilor și prevenirea apariției eczemelor de contact, datorită avantajelor legate de disponibilitate, preț și posibilitatea de refolosire. În ciuda faptului că textilele tradiționale au îndeplinit cerințele de calitate primare cum ar fi biocompatibilitatea, flexibilitatea, rezistența etc., există o cerere crescândă pentru funcții speciale, pentru o mai bună interactivitate între țesăturile biologice și textile [1].

Datorită structurii moleculare speciale cu un interior hidrofob și un exterior hidrofil, ciclodextrinele (CD) pot fi componenți utili în complexarea medicamentelor hidrofobe [2]. În mod potențial, în acest scop, se pot folosi derivați ai CD *reactivi* (de exemplu, ciclodextrinele cu o grupare monoclorotriazinil- MCT- β -CD), sau *nereactivi*: *mai hidrofilii* (cu grupări laterale hidrofile, cum ar fi hidroxipropil și hidroxietil), *mai puțin hidrofilii* (cu grupări laterale lipofile cum ar fi etilhexil glicidil) sau *ionici* (cu grupări laterale ionice, cum ar fi clorura de hidroxipropil trimetil amoniu) [3].

Includerea și/sau eliberarea substanțelor de către CD fixate pe suport textil pot fi utilizate pentru diferite aplicații medicale [4,5]. Substanțele farmaceutic active pot fi complexate de CD fixate pe textile; ele sunt eliberate prin purtare și pot pătrunde în piele, simplificând tratamentul afecțiunilor dermatologice extinse [6]. Grefarea CD

poate fi realizată prin tehnici relativ simple, monofazice, de tratare a țesăturilor [7-9], prin care grupele CD sunt atașate la suprafața ce va forma interfața cu pielea, pastrându-se cea mai mare parte a capacității inițiale de complexare a medicamentului [10, 11].

Textilele cu CD pot fi folosite ca sisteme terapeutice transdermice [12,13], pentru reducerea contaminării bacteriene a suprafețelor bogate în glande sudoripare [3], implanturi și suturi antibacteriene, țesături de protecție antiinsecte sau aromaterapeutice [13, 14].

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în realizarea unor țesături liberiene antimicrobiene folosind un procedeu de tratare superficială nanometrică pentru obținerea unui compus de incluziune a monoclorotriazinil- β -ciclodextrinei cu alantoina ($C_4H_6N_4O_3$ - 5-ureidohidantoina sau glioxildiureida), substanță derivată de uree, care nu a mai fost folosită ca oaspete deși este cunoscută din literatură pentru proprietățile ei antibacteriene și antifungice [15].

Procedeu conform invenției urmărește pentru prima dată obținerea unei țesături celulozice din fibre liberiene (în și cânepă) cu însușiri antimicrobiene, realizată în două faze: grefarea suportului textil cu derivatul reactiv monoclorotriazinil - β - ciclodextrina (MCT - β - CD) și includerea ulterioară a alantoinii.

La scară industrială, invenția are ca aplicație potențială obținerea de textile cu finisare igienică (prosoape, cuverturi, lenjerie, îmbrăcăminte) și a celor medicale. Complexarea substanțelor fungicide și bactericide în ciclodextrine (CD) fixate pe fibre este importantă și pentru produse tehnice (agro- și geotextile, articole de camping etc.). După procesul de modificare a acestor textile, creșterea microorganismelor în cavitățile microscopice ale fibrelor este împiedicată.

Procedeu conform invenției prezintă avantajul că este relativ ușor de realizat: grefarea - printr-o tehnică de tip fulardare-uscare-fixare termică, iar includerea compușilor oaspete - prin impregnare din soluții. De asemenea, s-a dovedit că această finisare prezintă eficacitate antimicrobiană și stabilitate la spălare.

Se dau în continuare 2 variante de realizare a invenției:

Varianta 1

Grefarea MCT - β -CD pe țesătură de in (fineața firelor -- 50x2 tex, legătura pânză, masa specifică - $190 \pm 15 \text{ g/m}^2$) presupune mai multe etape. Se prepară o soluție de MCT- β -CD (50...150g/l) și Na_2CO_3 (10...100g/l), cu pH 11, cu care se impregnează mostrele de in, timp de 5...10 minute, sub agitare magnetică. După

stoarcere și uscare în aer. mostrele au fost fixate termic în etuvă timp de 5...15 minute la 90...150°C. pentru realizarea grefării. Îndepărtarea excesului de reactivi s-a realizat prin spălări repetate, calde și reci, cu apă distilată, până la obținerea unui pH de 6,5...7. În final mostrele au fost uscate la temperatura camerei.

Pentru obținerea pe suportul grefat cu MCT-β-CD a compusului de incluziune, s-a preparat o soluție apoasă de alantoina ($C_4H_6N_4O_3$ - 5-ureidohidantoina sau glioxildiureida) 7...12 g/l. În această soluție s-au imersat mostrele (la temperatura camerei), menținându-le sub agitare magnetică timp de 1...3 ore pentru formarea compusului de incluziune. Pentru îndepărtarea alantoinii în exces s-au realizat spălări succesive, calde și reci, cu apă distilată și extracția ei la cald (5 ore) în apă. Final mostrele au fost uscate la temperatura camerei.

S-a evidențiat grefarea inului cu MCT-β-CD și obținerea pe suportul grefat a compusului de incluziune cu alantoina prin analiza FT-IR-ATR. Testarea eficacității antimicrobiene a mostrelor s-a realizat potrivit SR EN ISO 20645/2005 (difuzie pe placa gelozată). Activitatea antimicrobiană a țesăturilor grefate a fost testată pe tulpini ATCC de *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa* și *Candida albicans*. Mostrele de țesătură finisate au eficacitate mai mare pentru bacteriile gram (+) (*Staphylococcus aureus*) decât pentru cele gram (-) (*Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*) și fungi (*Candida albicans*).

Varianta 2

Etapa de grefare se realizează ca în varianta 1, folosindu-se ca suport textil o țesătură de cânepă (fînețea firelor – 78x2 tex, legătura pânză, masa specifică - $240 \pm 15 \text{ g/m}^2$). Obținerea suportului grefat cu MCT-β-CD, a compusului de incluziune, îndepărtarea reactivilor în exces și uscarea s-au realizat ca în varianta 1.

Evidențierea grefării fibrei și testarea eficacității antimicrobiene a mostrelor s-a realizat ca în varianta 1. S-a constatat că eficiența antimicrobiană este similară pentru țesătura de cânepă cu cea a inului. Mostrele de țesătură finisate au eficacitate mai mare pentru bacteriile gram (+) (*Staphylococcus aureus*) decât pentru cele gram (-) (*Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*) și fungi (*Candida albicans*).

REVENDICĂRI

1. Procedul de obținere a unor țesături celulozice de in cu proprietăți antimicrobiene, **caracterizat prin aceea că** se realizează în două faze: în prima fază are loc grefarea suportului cu monoclorotriazinil-β-ciclodextrină printr-o tehnică de tip fulardare-uscare-fixare termică, iar în faza a doua includerea în cavitatea resturilor grefate de triazinil-β-CD a unui derivat de uree - alantoina ($C_4H_6N_4O_3$ - 5-ureidohidantoina sau glioxildiureida).

2. Procedul de obținere a unor țesături celulozice de cânepă cu proprietăți antimicrobiene, **caracterizat prin aceea că** se realizează în două faze: în prima fază are loc grefarea suportului cu monoclorotriazinil-β-ciclodextrină printr-o tehnică de tip fulardare-uscare-fixare termică, iar în faza a doua includerea în cavitatea resturilor grefate de triazinil-β-CD a unui derivat de uree - alantoina ($C_4H_6N_4O_3$ - 5-ureidohidantoina sau glioxildiureida).

3. Procedul de obținere a unor țesături celulozice cu proprietăți antimicrobiene, conform revendicărilor 1-2, **caracterizat prin aceea că** mostrele textile finisate prezintă acțiune antimicrobiană satisfăcătoare față de patru tulpini microbiene (*Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Candida albicans*).