

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 247224 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **440793**

(22) Data zgłoszenia: **2022.03.29**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2023.10.02 BUP 40/2023**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2025.06.02 WUP 22/2025**

(51) MKP:

C08G 73/02 (2006.01)

C07C 279/26 (2006.01)

A01N 47/44 (2006.01)

D06B 1/00 (2006.01)

D06M 13/328 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

**SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ - ŁÓDZKI
INSTYTUT TECHNOLOGICZNY, Łódź, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:

**IWONA MASŁOWSKA-LIPOWICZ, Łódź, PL
ŁUCJA WYRĘBSKA, Zgierz, PL
MAGDALENA LASOŃ-RYDEL,
Starowa Góra, PL
ANNA SŁUBIK, Łódź, PL
KATARZYNA ŁAWIŃSKA, Rąbień AB, PL**

(54) Tytuł:

Nowe polimeryczne ciecze jonowe, sposób ich wytwarzania oraz zastosowanie

PL 247224 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku są nowe polimeryczne cieczce jonowe zawierające grupy poliheksametylenobiguanidyny (PHMB) jako kationy, grupy arylokarboksylanowe jako aniony, sposób ich wytwarzania oraz zastosowanie.

Od kilkunastu lat w branży chemicznej obserwuje się narastające zainteresowanie cieczkami jonowymi (ang. Ionic Liquids, ILs). Są to związki organiczne o budowie jonowej, zbudowane z kationu organicznego i anionu organicznego lub nieorganicznego. Charakteryzuje je niska temperatura topnienia, która jest niższa od temperatury wrzenia wody.

Nazwa cieczce jonowe po raz pierwszy pojawiła się w literaturze w 1974 roku, jednak powszechnie używana jest dopiero od połowy lat 90-ych ubiegłego wieku, zastępując wcześniejsze określenie: stopione sole (ang. molten salts, ambient temperature ionic liquids, czy też low temperature molten salts).

Ich jonowa struktura niesie za sobą szereg unikalnych właściwości, co przekłada się na ich potencjalnie szerokie spektrum aplikacyjne. Ze względu na swój charakter jonowy cieczce te wykazują stabilność termiczną, nie emitują par, a co za tym idzie są związkami praktycznie nielotnymi, stanowiąc skuteczną alternatywę dla powszechnie stosowanych w przemyśle rozpuszczalników organicznych. Taki charakter cieczy jonowych w przypadku ich stosowania jako rozpuszczalniki, minimalizuje problemy związane z niekorzystnym oddziaływaniem przemysłu chemicznego na środowisko naturalne.

Należy zauważyć, że wiele cieczy jonowych w tym przede wszystkim te, które zawierają czwartorzędowe ugrupowanie amoniowe, wykazuje działanie biocydowe. Powyższe właściwości powodują, że cieczce jonowe są obecnie przedmiotem intensywnych badań, a liczba publikacji dotyczących zarówno ich struktur jak i zastosowań rośnie lawinowo.

Najliczniejszą grupę cieczy jonowych stanowią sole amoniowe, imidazoliowe, pirydyniowe oraz fosfoniowe.

W patencie PL 227245 opisane są amoniowe cieczce jonowe o właściwościach biobójczych zawierające kation benzylodimetylotetradecyloamoniowy oraz anion organiczny. Sposób ich wytwarzania polega na tym, że chlorek lub bromek benzylodimetylotetradecyloamoniowy w roztworze wodnym wodorotlenku metalu alkalicznego poddaje się w podwyższonej temperaturze reakcji z kwasem organicznym lub solą kwasu wybranego z grupy obejmującej: kwas propionowy, kwas sorbinowy, kwas benzoowy, kwas salicylowy, kwas wanilinowy, kwas 2-fenylomastowy. Produkty wydziela się z mieszaniny poprzez zadanie chlorkiem metylenu, rozdzielenie powstałych warstw i oddestylowanie rozpuszczalnika.

Patent PL213547 ujawnia sposób otrzymywania aktywnych biologicznie amoniowych cieczy jonowych – migdałanów dimetyloamoniowych polegający na tym, że halogenek dimetyloamoniowy poddaje się reakcji z kwasem migdałowym w postaci izomeru (S)-(+ lub izomeru (R)-(-), w roztworze wodnym wodorotlenku metalu alkalicznego, w temperaturze 60°C przez 6 godzin. Po oddestylowaniu wody pozostały osad suszy się pod zmniejszonym ciśnieniem, osad rozpuszcza w acetonie po czym, po odfiltrowaniu soli nieorganicznej przesącz zatęża się i suszy.

Znane są również czwartorzędowe sole amoniowe zawierające komponent (1R,2S,5R)-(-)-mentolu: Pernak i wsp., Chem. kur. J., 11, 4441-4449 (2005), wykazujące doskonałe właściwości mikrobiologiczne.

Z patentu PL 212806 znane są imidazoliowe cieczce jonowe z anionem metylobenzoesowym. Sposobem według patentu mieszaninę jodku 1-butylo-3-metyloimidazoliowego i 3-metylobenzoesanu sodu dodawano do metanolu i mieszano przez godzinę w temperaturze pokojowej. Następnie odsączano powstały osad soli nieorganicznej, a z przesączu odparowano rozpuszczalnik. Produkt suszono w warunkach obniżonego ciśnienia.

Patent PL 186744 ujawnia sole imidazoliowe jako środki grzybobójcze. Zwłaszcza chlorek 1-decylo-3-heksyloksymetyloimidazoliowy wykazuje skuteczne działanie wobec trzech gatunków grzybów, takich jak: grzyb rozkładu brunatnego Coniophoraputeana BAM 15, grzyb rozkładu białego Trametes versicolor szczep CTB 863 A, grzyb rozkładu szarego Chaetomium globosum CTFT.

Sposób według wynalazku PL214101 umożliwia wytworzenie przeciwdrobnoustrojowych trzeciorzędowych protonowych soli imidazoliowych zawierających w części kationowej chiralny komponent (1R,2S,5R)-(-)-mentolu oraz aktywny biologicznie anion w reakcji 1-(1R,2S,5R)-(-)-metoksymetyloimidazolu z odpowiednim kwasem organicznym takim jak L-(+)-mleczan, salicylan, acetylosalicylan lub ibuprofen, użytymi w stosunku bliskim równomolowemu, w temperaturze od 273 do 373°K, w obecności rozpuszczalnika organicznego lub w wodzie.

Patent PL 212 757 ujawnia protonowe pirydyniowe ciecze jonowe z anionem alkilobenzenosulfonowym posiadające właściwości bakteriobójcze i grzybobójcze. Sposób ich wytwarzania polega na tym, że pirydynę rozpuszczoną w rozpuszczalniku organicznym miesza się z kwasem alkilobenzenosulfonowym w temperaturze 303°K, następnie całość miesza się energicznie przez co najmniej 3 minuty, po czym oddziela się produkt, a następnie resztki rozpuszczalnika odparowuje się pod obniżonym ciśnieniem. Otrzymane ciecze posiadają właściwości bakteriobójcze i grzybobójcze.

Sposób wytwarzania soli fosfonowych ujawniają m.in. patenty US5481040, US20150166587.

Patent PL227099 prezentuje właściwości herbicydowe soli jonowych z kationem fosfoniowym i anionem halogenkowym, najkorzystniej jodkowym.

Odłąbną grupą cieczy jonowych są polimeryczne ciecze jonowe (ang. PILs – polymeric ionic liquids).

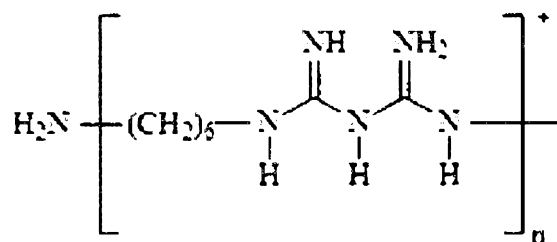
Polimeryczne ciecze jonowe tworzone są przez polimer posiadający w łańcuchu polimerowym powtarzające się ugrupowania strukturalne zdolne do tworzenia wielu par jonowych. Tak zbudowane ciecze jonowe posiadają właściwości cieczy jonowych, a ponadto wykazują cechy charakterystyczne dla polimeru macierzystego, wykazują np. podwyższoną wytrzymałość mechaniczną, trwałość, zdolność do przetwarzania itd.

Badania nad polimerowymi cieczami jonowymi podjęto w latach siedemdziesiątych ubiegłego wieku, gdy rozpoczęto prace nad polimeryzacją winylowych monomerów kationowych (M. F. Hoover, J MacromolSci – Chem, 1970, 4, 1327–1417 Cationic quaternary polyelectrolytes). Szczególnie interesujące okazały się sole z kationami winylopirydyniowym i winyloimidazoliowym. Posiadają one ładunek dodatni umieszczony w pierścieniu aromatycznym połączonym z grupą winylową (K. Petrak, I. Degen, P. Beynon, J PolymSci. Polym Chem Ed, 1982, 20, 783–793, Journal of polymer science. Part A-1, Polymer chemistry Volume 20, Issue 3, Mar, Pages 783–793 Some 1 – substituted quaternary imidazolium compounds and related polymeres: qualitative and qualitative infrared analysis).

Głównym aspektem wynalazku są ciecze jonowe o wzorze ogólnym 1,

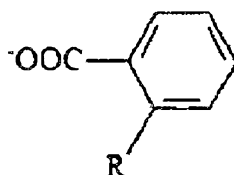


w którym X^+ stanowi co najmniej jeden kation poliheksametylenobiguanidynowy o wzorze 2



Wzór 2

w którym n oznacza liczbę od 7 do 12, a Y oznacza anion arylokarboksylanowy o wzorze 3



Wzór 3

w którym R oznacza atom H, grupę OH.

Poliheksametylenobiguanidyna jest polimeryczną pochodną biguanidyny i jest dopuszczona do stosowania ROZPORZĄDZENIAMI WYKONAWCZYMI KOMISJI (UE) o numerach 2016/124 oraz 2016/125 z dnia 29 stycznia 2016 r., zatwierdzającymi PHMB jako istniejącą substancję czynną do stosowania w produktach biobójczych należących do grup produktowych 2, 3, 4 i 11 obejmujących środki odkażające powierzchnie mające kontakt z żywnością, środki dezynfekcyjne lub glonobójcze, higienę weterynaryjną i środki do konserwacji płynów, chłodzących.

Polimer ten wprowadzony jest do obrotu pod nazwami Vantocil® IB, Vantocil® TG, Repulex® 20, Lonzabac® BG jako 20% roztwory PHMB w postaci chlorowodoru. Znajduje zastosowanie jako środek do dezynfekcji powierzchni. Obszary zastosowania obejmują m.in. szpitale, instytucje, placówki weterynaryjne, mleczarnie, zakłady przetwórstwa spożywczego, browary itp. Stosowany jest również do oczyszczania i stabilizacji wody, np. w basenach, w celu zwalczania glonów i wzrostu bakterii.

PHMB, ze względu na doskonałą aktywność przeciwbakteryjną, stabilność chemiczną, niską toksyczność i rozsądny koszt, sprzedawana jest na całym świecie. Sposób działania tego kationowego polimeru został opisany przez wielu badaczy.

Drugim aspektem wynalazku jest sposób wytwarzania cieczy jonowych. W wyniku szeroko podjętych badań nieoczekiwanie okazało się, że polimeryczne cieczy jonowe zawierające kation PHMB można otrzymać w sposób prosty i powtarzalny, poddając reakcji chlorowoderek, poliheksametylenobiguanidyny z anionem arylokarboksylanowym o wzorze 3, w temperaturze 20–30°C przy pH 6,5–7. Otrzymaną dwuwarstwową mieszaninę rozdziela się i zawierającą produkt warstwę dolną suszy pod zmniejszonym ciśnieniem.

Chlorowodorek poliheksametylenobiguanidyny i anion karboksylanowy o wzorze 3 używa się w stosunku molowym 1:1. Chlorowodorek poliheksametylenobiguanidyny stosuje się w postaci roztworu wodno-alkoholowego, a anion arylokarboksylanowy o wzorze 3 w postaci roztworu wodnego.

Anion karboksylanowy o wzorze 3 pochodzi od związków wybranych z grupy obejmującej benzo-esan sodu i salicylan sodu.

Kwas benzoesowy występuje naturalnie w roślinach pełniąc funkcję toksyny przeciw bakteriom, pleśniam, drożdżakom. Kwas benzoesowy oraz jego sole (m.in. benzoesan sodu, potasu) znalazły zastosowanie jako syntetyczne substancje konserwujące (E210-213) powszechnie stosowane do zabezpieczenia mikrobiologicznego m.in. żywności i kosmetyków, dopuszczone są do stosowania w Unii Europejskiej – ROZPORZĄDZENIE PARLAMENTU EUROPEJSKIEGO I RADY (WE) NR 1333/2008 z dnia 16 grudnia 2008 r. w sprawie dodatków do żywności (Dz.U. L 354 z 31.12.2008, s. 16). Mogą być również dodawane do tworzyw sztucznych mających kontakt z żywnością – ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) NR 10/2011 z dnia 14 stycznia 2011 r. w sprawie materiałów i wyrobów z tworzyw sztucznych przeznaczonych do kontaktu z żywnością.

Kwas salicylowy to organiczny związek chemiczny z grupy aromatycznych hydroksykwasów karboksylowych. Zawiera jedną grupę hydroksylową i jedną grupę karboksylową przyłączone do pierścienia benzenowego w układzie orto. Stosowany jest w medycynie jako środek dezynfekujący (np. w postaci spirytusu salicylowego) i keratoliczny (np. w lekach na trądzik, kosmetykach złuszczeniowych). Istotne znaczenie w medycynie mają również sole kwasu salicylowego.

Wytworzone nowe produkty wykazują efekt synergicznego działania bioaktywnego w porównaniu z PHMB potwierdzonego badaniami mikrobiologicznymi.

Trzecim aspektem wynalazku jest zastosowanie polimerycznych cieczy jonowych według wynalazku do modyfikacji tkaniny bawełnianej przez nadanie jej właściwości bioaktywnych.

Wynalazek ilustrują nie ograniczając jego zakresu niżej podane przykłady wytwarzania cieczy jonowych i ich zastosowania.

Przykład 1

W kolbie zaopatrzonej w mieszadło szybkoobrotowe umieszczono 915 części wagowych 20% (1 mol) wodnego roztworu poliheksametylenobiguanidyny w postaci chlorowodoru, a następnie po 0,5 godzinnym mieszaniu w ciągu 2 godzin wkroplono roztwór 144 g benzoesu sodu (1 mol) w 280 ml wody. Zawartość kolby poddano intensywnemu mieszaniu w temperaturze 20–30°C, w czasie 60 minut przy wartości, pH =6,5–7. Mieszaninę dwuwarstwową przelano do rozdzielacza i pozostawiono do dnia następnego. Dolną warstwę stanowiącą produkt przemyto dwa razy dwoma 150 ml porcjami wody i wysuszone w suszarce próżniowej w temperaturze 40°C przez 10 godzin. Jego temperatura topnienia cieczy jonowej wynosiła 99°C.

Uzyskano 245 gramów polimerycznej cieczy jonowej w postaci oleistej, krystalicznie przejrzystej, o lekko słomkowym odcieniu i dużej lepkości. Wydajność wynosiła 80%.

Otrzymana ciecz jonowa w przeciwieństwie do PHMB posiada ograniczoną rozpuszczalność w wodzie (do 1%), jest nierozpuszczalna w acetonie, toluenie, heksanie, rozpuszcza się natomiast w etanolu, dimetylosulfotlenku, N-metylopirolidynie, dimetyloformamidzie, dimetyloacetamidzie, tetrahydrofuranie.

Strukturę polimerycznej cieczy jonowej potwierdzono spektroskopowe poprzez analizę magnetycznego rezonansu jądrowego ^1H NMR (Fig. 1).

Produkt charakteryzują następujące dane spektroskopowe: ^1H NMR (700MHz; MeOD): δ = 1,430(br s, PHMB); 3,0 1,627 (br s, PHMB); 3,329 (br s, PHMB, OH); 7,465-7,491 (arom. 2H); 7,589-7,612 (arom. 1H); 8,025-8,039 (arom. 2H). Wystąpiły trzy charakterystyczne sygnały protonów poliheksametylenobiguanidyny widma ^1H NMR (MeOD) 1,430, 1,627, 3,329 ppm oraz sygnały pięciu aromatycznych protonów anionu benzoesanowego 7,465 (2H), 7,589 (1H), 8,025 (2H) ppm, co potwierdza strukturę otrzymanej cieczy jonowej.

Widmo IR (Fig. 2) również potwierdza strukturę cieczy jonowej. Występują pasma absorpcji przypisywane drganiom rozciągającym N-H 3315 cm^{-1} oraz drganiom deformacyjnym N-H 1551 cm^{-1} poliheksametylenobiguanidyny. Występują również charakterystyczne pasma absorpcji przy częstotliwości 2175 cm^{-1} przypisywane drganiom rozciągającym C=N poliheksametylenobiguanidyny. Widoczna jest również obecność anionu karboksylanowego, który absorbuje w innym obszarze częstotliwości niż inne związki karbonylowe. Spowodowane jest to mezomerią, w wyniku której oba wiązania C-O stają się wiązaniami równocennymi o rzędzie pośrednim między rzędem wiązania C=O i C-O i pośredniej wartości stałej siłowej. Drgania tych wiązań są ponadto silnie sprzężone mechanicznie, w związku z tym na widmie IR obserwujemy pasmo asymetrycznych drgań rozciągających węgiel – tlen przy częstotliwości 1381 cm^{-1} i słabsze pasmo symetrycznych drgań rozciągających przy 1153 cm^{-1} . Ponadto widoczne są pasma absorpcji pochodzące od drgań deformacyjnych C-H w pierścieniu aromatycznym monopodstawionym przy częstotliwości 719 cm^{-1} oraz 670 cm^{-1} .

Analiza widm potwierdza zatem budowę otrzymanej cieczy jonowej PHMB-BS.

Przykład 2

Postępując zgodnie z opisem zawartym w przykładzie 1 uzyskaną ciecz jonową wprowadzono w ilości 1,2% do tkaniny keper (100% bawełny).

Skuteczność antybakteryjną próbki tkaniny bawełnianej wykonano w oparciu o metodykę opisaną w normie PN-EN ISO 20743:2013. Przeprowadzono ilościowe oznaczenie właściwości przeciwbakteryjnych próbek wobec dwóch szczepów wzorcowych bakterii:

Staphylococcus aureus ATCC 6538

Escherichia coli ATCC 11229

Wyniki uzyskano obliczając różnicę logarytmów z liczby cfu/ml odzyskanych z próby referencyjnej i próby badanej po czasie kontaktu.

„Redukcja Log 10” oznacza różnicę między logarytmem ze średniej liczby cfu na próbkach referencyjnych po 24 h, a logarytmem ze średniej liczby cfu na próbkach badanych. Badana próbka wykazuje dobrą skuteczność przeciwbakteryjną w stosunku do obydwu szczepów bakterii użytych w badaniu. Dla szczepu bakterii Staphylococcus aureus ATCC 6538 redukcja Log 10 wynosi 3,0, a dla szczepu bakterii Escherichia coli ATCC 11229 – $\text{Log}10 = 1,49$.

Przykład 3

Celem wykazania efektu synergicznego działania bioaktywnego cieczy jonowej, postępując zgodnie z opisem zawartym w przykładzie 2 PHMB w postaci chlorowodorku wprowadzono w ilości 1,2% do tkaniny keper (100% bawełny). Wartości skuteczności przeciwbakteryjnej badanej próbki wynosiły: dla szczepu bakterii Staphylococcus aureus ATCC 6538 redukcja Log10 wynosi 2,4, a dla szczepu bakterii Escherichia coli ATCC 11229 – $\text{Log}10 = 0,16$.

Przykład 4

W kolbie zaopatrzonej w mieszało szybkoobrotowe umieszczono 1092,5 części wagowych 20% (1 mol) wodnego roztworu poliheksametylenobiguanidyny w postaci chlorowodorku i 316 części wagowych alkoholu etylowego, a następnie po 0,5 godzinnym mieszaniu, w ciągu 2 godzin wkroplono roztwór 160 g salicylanu sodu (1 mol) w 200 ml wody. Zawartość kolby poddano intensywnemu mieszaniu w temperaturze $20\text{--}30^\circ\text{C}$, w czasie 60 minut przy wartości $\text{pH} = 6,5\text{--}7$. Dwuwarstwową mieszaninę przelano do rozdzielacza i pozostawiono do dnia następnego. Dolną warstwę stanowiącą produkt przeemyto dwa razy dwoma 150 ml porcjami wody. Otrzymany produkt suszono następnie w suszarce próżniowej w temperaturze 40°C przez 10 godzin. Uzyskano 256 gramów polimerycznej cieczy jonowej w postaci oleistej, krystalicznie przejrzystej, o lekko słomkowym odcieniu, dużej lepkości i temperaturze topnienia 99°C . Wydajność wynosiła 80%.

Otrzymana ciecz jonowa w przeciwieństwie do PHMB posiada ograniczoną rozpuszczalność w wodzie (do 1%), jest nierozpuszczalna w acetonie, toluenie, heksanie, rozpuszcza się natomiast w etanolu, dimetylosulfotlenku, N-metylopirolidonie, dimetyloformamidzie, dimetyloacetamidzie, tetrahydrofuranie.

Strukturę polimerycznej cieczy jonowej potwierdzono spektroskopowo poprzez analizę magnetycznego rezonansu jądowego ^1H NMR (Fig. 3). Produkt charakteryzują następujące dane spektroskopowe: ^1H NMR (700 MHz; MeOD): δ = 1,307 (br s, PHMB); 1,505 (br s, PHMB); 3,181 (br s, PHMB); 6,796-6,835 (arom. 1H); 6,846-6,847 (arom. 1H); 7,297-7,322 (arom. 1H); 7,853-7,867 (arom. 1H).

Wystąpiły trzy charakterystyczne sygnały dla protonów poliheksametylenobiguanidyny widma ^1H NMR (MeOD) 1,307, 1,505, 3,181 ppm oraz sygnały czterech aromatycznych protonów anionu salicylanowego 6,796, 6,846, 7,297 oraz 7,853 ppm, co potwierdza strukturę otrzymanej cieczy jonowej.

Widmo IR (fig. 4) również potwierdza strukturę salicylanu poliheksametylenobiguanidyny. Występują pasma absorpcji przypisywane drganiom rozciągającym N-H 3318 cm^{-1} oraz drganiom deformacyjnym N-H 1544 cm^{-1} poliheksametylenobiguanidyny. Występują również charakterystyczne pasma absorpcji przy częstotliwości 2173 cm^{-1} przypisywane drganiom rozciągającym C=N poliheksametylenobiguanidyny. Widoczna jest również obecność anionu karboksylanowego, który absorbuje w innym obszarze częstotliwości niż inne związki karbonylowe. Spowodowane jest to mezoмериą, w wyniku której oba wiązania C-O stają się wiązaniami równocennymi o rzędzie pośrednim między rzędem wiązania C=O i C-O i pośredniej wartości stałej siłowej. Drgania tych wiązań są ponadto silnie sprzężone mechanicznie, w związku z tym na widmie IR obserwujemy pasmo asymetrycznych drgań rozciągających węgiel-tlen przy częstotliwości 1483 cm^{-1} i pasmo symetrycznych drgań rozciągających przy 1454 cm^{-1} . Ponadto widoczne są pasma absorpcji pochodzące od drgań deformacyjnych C-H w pierścieniu aromatycznym dipodstawionym przy częstotliwości 757 cm^{-1} .

Przykład 5

Postępując zgodnie z opisem zawartym w przykładzie 4 uzyskaną ciecz jonową wprowadzono w ilości 1,2% do tkaniny keper (100% bawełny).

Skuteczność antybakteryjną próbki tkaniny bawełnianej wykonano w oparciu o metodykę opisaną w normie PN-EN ISO 20743:2013. Przeprowadzono ilościowe oznaczenie właściwości przeciwbakteryjnych próbek wobec dwóch szczepów wzorcowych bakterii:

Staphylococcus aureus ATCC 6538

Escherichia coli ATCC 11229

Wyniki uzyskano obliczając różnicę logarytmów z liczby cfu/ml odzyskanych z próby referencyjnej i próby badanej po czasie kontaktu.

„Redukcja Log10” oznacza różnicę między logarytmem ze średniej liczby cfu na próbkach referencyjnych po 24 h, a logarytmem ze średniej liczby cfu na próbkach badanych.

Badana próbka wykazuje dobrą skuteczność przeciwbakteryjną w stosunku do obydwu szczepów bakterii użytych w badaniu. Dla szczepu bakterii Staphylococcus aureus ATCC 6538 redukcja Log10 wynosi 2,4, a dla szczepu bakterii Escherichia coli ATCC 11229 – Log10 = 1,89.

Przykład 6

Celem wykazania efektu synergicznego działania bioaktywnego cieczy jonowej, postępując zgodnie z opisem zawartym w przykładzie 5 PHMB w postaci chlorowodorku wprowadzono w ilości 1,2% do tkaniny keper (100% bawełny). Wartości skuteczności przeciwbakteryjnej badanej próbki wynosiły: dla szczepu bakterii Staphylococcus aureus ATGC 653S redukcja Log10 wynosi 2,4, a dla szczepu bakterii Escherichia coli ATCC 11229 – Log10 = 0,16.

Sposób wytwarzania polimerycznych cieczy jonowych pochodnych PHMB według wynalazku, ze względu na możliwość prowadzenia procesu w środowisku wodnym w temperaturze otoczenia, daje produkt w postaci oleistej cieczy, co pozwala na nieskomplikowaną i szeroką aplikację. Jest prosty, bezpieczny i powtarzalny. Pozwala na uzyskanie produktu o wysokich parametrach jakościowych z dobrą wydajnością.

Niższe wartości działania przeciwbakteryjnego dla próbek zawierających PHMB w porównaniu z próbkami zawierającymi ciecz jonową świadczą w przypadku szczepu bakterii Escherichia coli ATCC 11229 o efekcie synergicznym wprowadzonych do cząsteczki PHMB anionów.

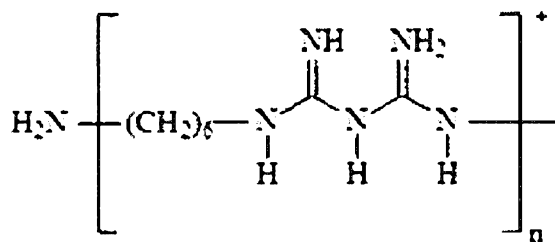
Zastrzeżenia patentowe

1. Polimeryczne ciecz jonowe o ogólnym wzorze 1,



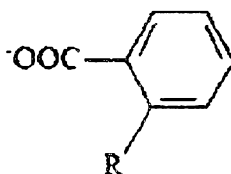
wzór 1

w którym X^+ stanowi co najmniej jeden kation poliheksametylenobiguanidynowy o wzorze 2



Wzór 2

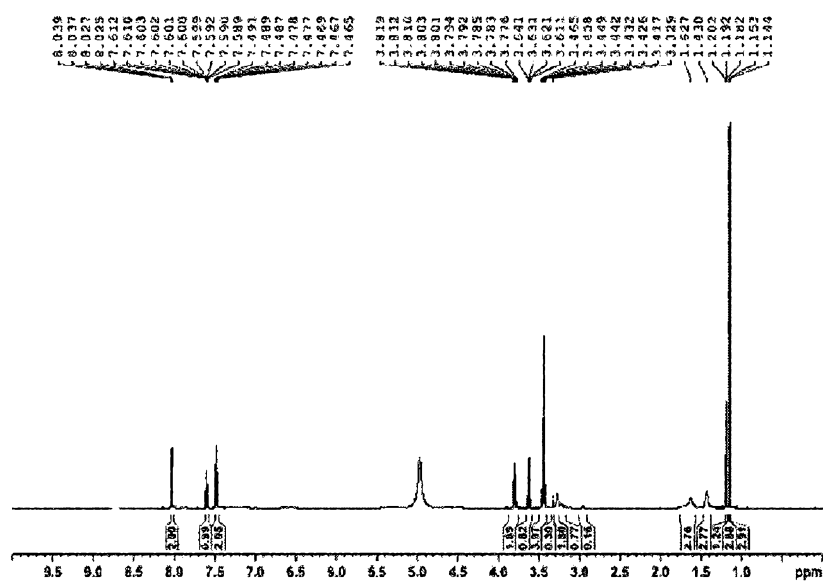
w którym n oznacza liczbę od 7 do 12, a
Y oznacza anion karboksylanowy o wzorze 3



Wzór 3

- w którym R oznacza atom H, grupę OH.
2. Sposób wytwarzania polimerycznych cieczy jonowych o wzorze 1, **znamienny tym**, że najpierw poddaje się reakcji chlorowodorek poliheksametylenobiguanidyny z anionem karboksylanowym o wzorze 3, w stosunku molowym 1:1, w temperaturze 20–30°C, przy pH 6,5–7, po czym otrzymaną dwuwarstwową mieszaninę, rozdziela zawierającą produkt warstwę dolną suszy pod zmniejszonym ciśnieniem w warunkach wysokiej próżni.
 3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że chlorowodorek poliheksametylenobiguanidyny stosuje się w postaci roztworu wodno-alkoholowego.
 4. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że anion karboksylanowy o wzorze 3 stosuje się w postaci roztworu wodnego.
 5. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że anion karboksylanowy o wzorze 3, pochodzi od związku wybranego z grupy obejmującej benzoesan sodu i salicylan sodu.
 6. Zastosowanie polimerycznych cieczy jonowych określonych w zastrz. 1 do modyfikacji tkaniny bawełnianej przez nadanie jej właściwości bioaktywnych.

Rysunki



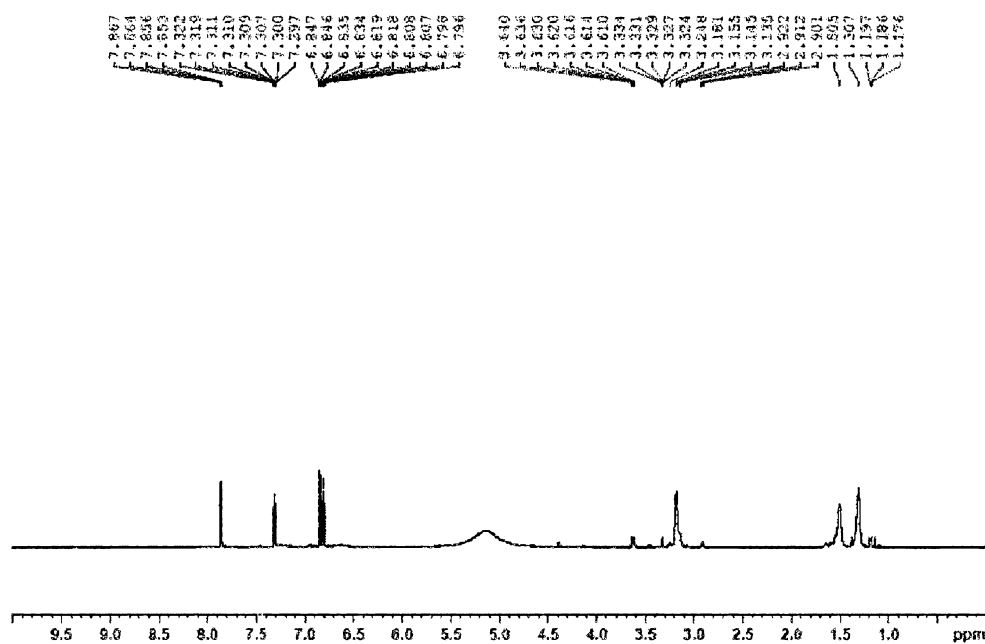


Fig. 3

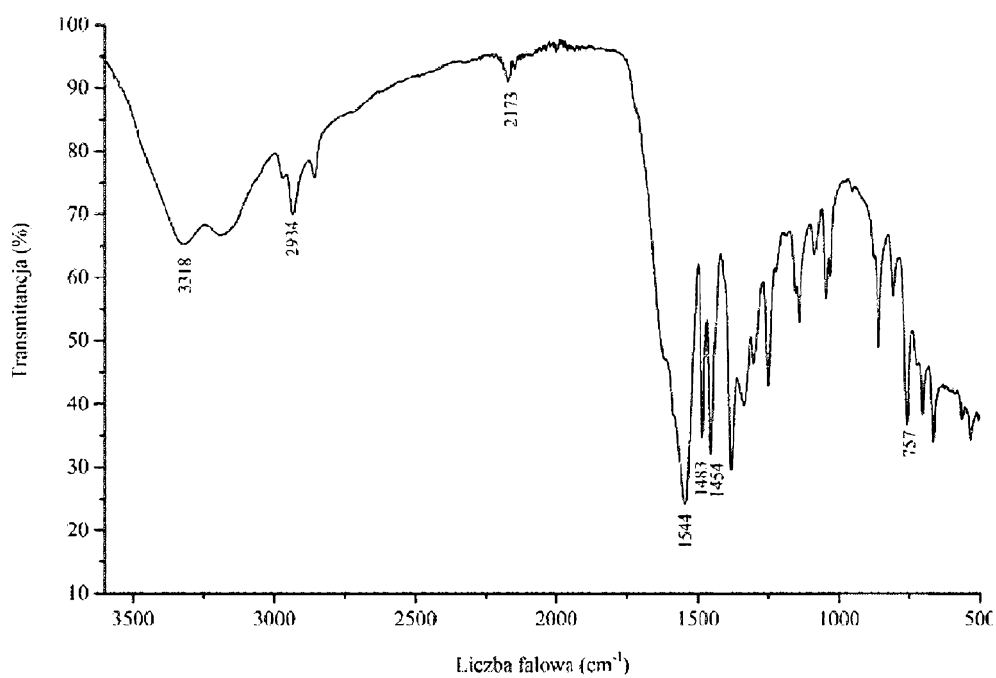


Fig. 4