



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

201694
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 08 B 15/02 ✓

(22) Prihlásené 16 05 78
(21) (PV 3127-78)

(40) Zverejnené 31 03 80

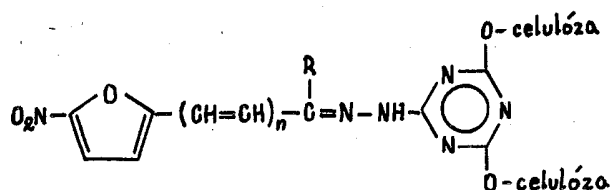
(45) Vydané 15 08 82

(75)
Autor vynálezu

KRKOŠKA PAVOL ing. CSc., BLAŽEJ ANTON prof. ing. DrSc. a ZEMANOVA Mária doc. ing. CSc., BRATISLAVA

(54) 2,4 — oxycelulózo — 6 — (x) — S — triazíny a spôsob ich prípravy

Vynález sa týka 2,4 — oxycelulózo — 6 —
(x) — S — triazínov obecného vzorca I.



a spôsobu ich prípravy.

Technické materiály na báze celulózy majú nedostatok v tom, že sa nevyznačujú antimikrobiálnymi vlastnosťami a nie sú odolné voči rozkladnému účinku mikroorganizmov. Tieto požadované vlastnosti je možno docieľiť antimikrobiálnou úpravou; impregnáciou účinnými látkami a pre dlhotrvajúci účinok je účelné účinné látky viazať chemickou väzbou. Na antimikrobiálnu úpravu obidvoma spôsobmi sa využívajú početné preparáty, ktorých použitie je závislé od účelu a spôsobu použitia celulóзовého materiálu.

Pri antimikrobiálnej úprave celulóзовých materiálov našli uplatnenie aj niektoré 5 — nitrofuránové deriváty. 5 — Nitro — 2-furaldehyd a 3-/ 5 — nitro — 2 — furyl/akroleín sa využívajú pri vláknoch z celulózy a niekto-

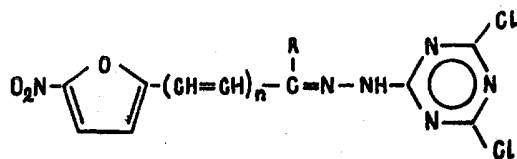
rých jej esterov a ako prídavné látky sa používajú furagin /1- /3 — /5- nitro- 2 — furyl alkylamino/ hydantoin/, furazolidon/ 3- /5- nitro- 2 — furfurylidenamino/ oxazolidon/ a 5- nitro — 2 — furaldehydsemikarbazon/.

Z hľadiska praktickej aplikácie je taktiež dôležité zaviesť biologicky účinné látky na celulózu spoločne s ďalšími pomocnými látkami tak, aby sa nezvyšoval počet technologických operácií a nevznikali nové nároky na technologické zariadenie. V tomto zmysle sa účinné látky s výhodou fixujú spoločne s dimetylmočovinou a často sa využíva reaktívny 2, 4, 6 — trichlór — S — triazín, pomocou ktorého sa na celulózu fixoval celý rad účinných látok [Paulus W., Pauli O., Textilveredelung 5, (4) 247 (1970)].

5 — Nitrofuránové deriváty týmto spôsobom na celulózu doteraz fixované neboli.

Podstata spôsobu prípravy 2,4 — oxycelulózo — 6 — (x) — S-triazínov podľa vynálezu spočíva v tom, že na celulózové materiály vo

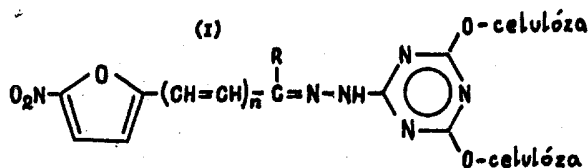
forme vlákien, papiera alebo tkanív sa pôsobí 5 — nitrofuránovými derivátmi 2,4 — dichlór — 6 — hydrazín — S — triazínu obecného vzorca II.



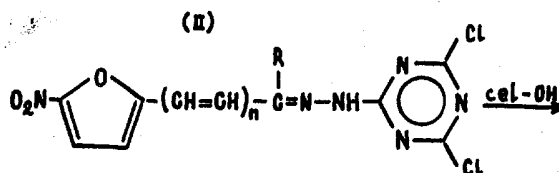
(II)

kde pre n rovné 0 R je H
 n rovné 1 R je H, CH_3
 v prostredí organických rozpúšťadiel s výho-

dou acetónu, dioxanu, octanu etylového pri teplotách od 20°C do 170°C .



(I)



(II)

kde n a R je hore uvedené.

Výhodou spôsobu prípravy derivátov podľa vynálezu je, že sa 5 — nitrofuránové deriváty 2,4 — dichlór — 6 — hydrazín — S — triazínu viažu na celulózu za podmienok bežných pri úprave celulózových materiálov.

Príklad 1

Bavlnená doprovodná tkanina sa naklucuje s 2 % -ným roztokom látky typu 1 v acetóne, acetón sa odparí a tkanina sa ponorí do fixačného kúpeľa obsahujúceho 50 g/dm^3 chloridu sodného a 10 g/dm^3 kyslého uhličitanu sodného. Po vysušení pri 70°C sa tkanina zahrieva 10 minút pri 160°C , po ochladení sa čistí praním vo vode a axtrakciou acetónom v soxletovom aparáte. Získal sa di-/2,4 — oxycelulózo — 6 — /5 — nitro — 2 — furaldehydhydrazón/ — S — triazín so SS 0,021, di — /2,4 — oxycelulózo — 6 — (3) 5 — nitro — 2 — furylakroleínhydrazón) — S — triazín so SS 0,020 a di-/2,4 — oxycelulózo — 6 — (5 — nitro — furfurylidenacetónhydrazón) — S — triazín so SS 0,027.

Príklad 2

Spôsobom uvedeným v príklade 1. sa vykoná kondenzácia pri použití papiera Whatman.

Získal sa di — /2,4 — oxycelulózo — 6 — /5 — nitro — 2 — furaldehydhydrazón/ — S — triazín so SS 0,16, di — /2,4 — oxycelulózo — 6 — /3 — 5 — nitro — 2 — furyl/ akroleínhydrazón/ — S — triazín so SS 0,018 a di-/2,4 — oxycelulózo — 6 — /5 — nitrofurfurylidenacetónhydrazón/ — S — triazín so SS 0,028.

Príklad 3

Bavlnená doprovodná tkanina sa naklucuje 10 % -ným roztokom 2, 4 — dichlór — 6 — /5 — nitro — 2 — furaldehydhydrazón/ — S — triazínu v acetóne, ponorí sa do fixačného kúpeľa ako v príklade 1. a kondenzácia sa vykoná zahrievaním pri 50°C v priebehu troch hodín. Tkanina sa čistí spôsobom uvedeným v príklade 1.

Získal sa di — (2,4 — oxycelulózo — 6 — /5 — nitro — 2 — furaldehydhydrazón/ — S — triazín so SS 0,005.

Príklad 4

Bavlnená doprovodná tkanina sa naklucuje ako v príklade 3, ponorí do fixačného kúpeľa obsahujúceho $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($17,8\text{ g/dm}^3$) a NaOH ($17,2\text{ g/dm}^3$) a potom sa zahrieva jednu hodinu pri 50°C . Čistí sa spôsobom uvedeným v príklade 1.

Získal sa di — /oxycelulózo — 6 — /5 — nitro — 2 — furaldehydhydrazón/ — S — triazín so SS 0,008.

Obsah naviazaného 5 — nitrofuránového derivátu sa zisťoval z prírastku na hmotnosti, respektíve z obsahu dusíka určeného modifikovanou Kjehdalovou metódou modifikovanou podľa (Šlionskaja M. A., Nogteva K. G., Poliščuk B. O., Volf L. A., Chim. volokna 15 (3) 70 (1973) a je vyjadrený ako stupeň substitúcie.

Vzniklé celulózové etéry majú pri stupni substitúcie (SS) 0,002 až 0,067 kanárikovožltú farbu. Pri antimikrobiálnych testoch sa vy-

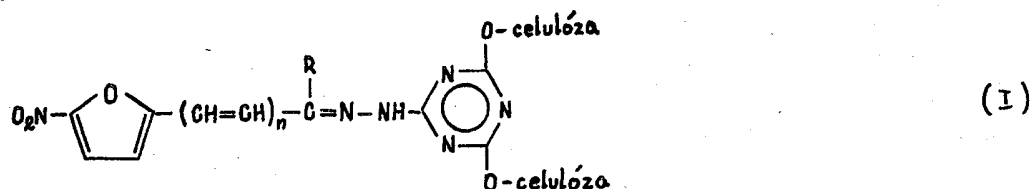
značujú účinnosťou na *Aspergillus niger* na kontaminovanom sladinkovom agare, odolnosťou voči rozkladným hubám za tropikalizačných podmienok v trvaní 60 dní, odolnosťou voči rozkladnej činnosti aerobnej pôdnej mikroflóry (čiernozem, Čierna voda pri Bratislave) v priebehu 28 dní a rozkladnej čin-

nosti anaerobnej pôdnej mikroflóry (soil burial test) v priebehu 28 dní.

Výsledky mikrobiálnych testov naznačujú, že tieto celulóзовé deriváty sa môžu uplatniť ako materiály odolné voči mikrobiálnej deteriorácii a ako materiály s antimikrobiálnymi účinkami vo svojom bezprostrednom okolí.

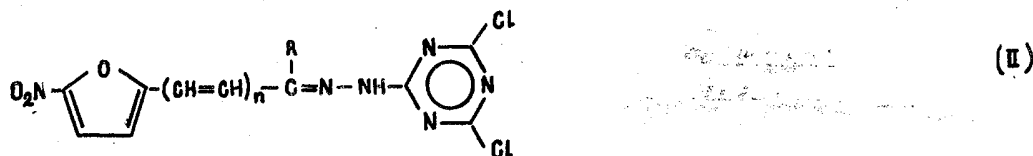
PREDMET VYNÁLEZU

1. 2,4 — oxycelulózo — 6 — (X) — S — triazíny obecného vzorca I



kde X je 5 — nitro — 2 — furaldehydhydrazón (n je 0, R je H),
3 — (5 — nitro — 2 — furyl)
akroleínhydrazón (n je 1, R je H)
alebo 5 — nitrofurfurylidénacetónhydrazón (n je 1, R je CH_3)

2. Spôsob prípravy derivátov podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že na celulóзовé materiály vo forme vlákien, papiera alebo tkanín sa pôsobí 5 — nitrofuránovými derivátmi 2,4 — dichlór — 6 — hydrazín — S — triazínu obecného vzorca II



kde n a R je hore uvedené, v prostredí organických rozpúšťadiel výhodne acetónu,

dioxánu, octanu etylového pri teplotách od 20°C do 170°C .