



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0106490
(43) 공개일자 2010년10월01일

(51) Int. Cl.

A47K 7/02 (2006.01) *A47L 17/04* (2006.01)
A01N 25/08 (2006.01) *A01P 1/00* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-7015859

(22) 출원일자(국제출원일자) 2008년12월08일
심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2010년07월16일

(86) 국제출원번호 PCT/US2008/085812

(87) 국제공개번호 WO 2009/085570
국제공개일자 2009년07월09일

(30) 우선권주장

61/015,794 2007년12월21일 미국(US)

(71) 출원인

쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 캄파니

미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 피.오. 박스 33427 쓰리엠 센터

(72) 벌명자

트루옹 미한 티

미국 미네소타주 55133-3427 세인트 폴 포스트 오 피스 박스 33427 쓰리엠 센터

(74) 대리인

김진희, 강승옥

전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 항균성 셀룰로오스 스펀지 및 제조 방법

(57) 요 약

셀룰로오스 스펀지 내에 결합된 바이구아나이드는 셀룰로오스 스펀지의 유효 수명에 걸쳐 셀룰로오스 스펀지 내 세균, 곰팡이 및 진균류와 같은 미생물의 성장을 억제하거나 방지한다.

특허청구의 범위

청구항 1

셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 적어도 3 로그 감소를 제공하기 위해 물을 이용한 100 사이클의 린스(rinsing) 및 짜내기(wringing) 이후에 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.02 중량%의 바이구아나이드를 유지하는, 바이구아나이드를 포함하는 셀룰로오스 스펀지.

청구항 2

제1항에 있어서, 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 감소가 5분 이내에 발생하는 셀룰로오스 스펀지.

청구항 3

제1항에 있어서, 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 100% 감소를 제공하기 위해 물을 이용한 100 사이클의 린스 및 짜내기 이후에 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.5 중량%의 바이구아나이드를 유지하는 셀룰로오스 스펀지.

청구항 4

셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 적어도 3 로그 감소를 제공하기 위해 패키지(package)로부터의 제거 및 물을 이용한 100 사이클의 린스 및 짜내기 이후에 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.02 중량%의 바이구아나이드가 스펀지 내에 남아있는, 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.4 중량%의 바이구아나이드를 포함하는 패키지 내 셀룰로오스 스펀지.

청구항 5

제4항에 있어서, 패키지 내 수분 활성도(water activity)(a_w)가 0.91 미만이 되게 하는 습윤제를 추가로 포함하는 패키지 내 셀룰로오스 스펀지.

청구항 6

제4항에 있어서, 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 감소가 5분 이내에 발생하는 패키지 내 셀룰로오스 스펀지.

청구항 7

제5항에 있어서, 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 100% 감소를 제공하기 위해 패키지로부터의 제거 및 물을 이용한 100 사이클의 린스 및 짜내기 이후에 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.5 중량%의 바이구아나이드가 셀룰로오스 스펀지 내에 남아있는, 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 1.25 중량%의 바이구아나이드를 포함하는 패키지 내 셀룰로오스 스펀지.

청구항 8

하기 단계를 포함하는 방법에 의해 제조되는 셀룰로오스 스펀지:

셀룰로오스 스펀지를 제공하는 단계와;

셀룰로오스 스펀지 내에 0.1 내지 2.0 중량%의 바이구아나이드를 함유하는 투입 용액을 흡수시키는 단계와;

밀봉된 패키지 내에 셀룰로오스 스펀지를 패키징하는 단계 (여기서, 패키징된 셀룰로오스 스펀지는 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.4 중량%의 바이구아나이드를 함유함).

청구항 9

제8항에 있어서, 패키징된 셀룰로오스 스펀지가 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 1.25 중량%의 바이구아나이드를 함유하는 셀룰로오스 스펀지.

청구항 10

제8항에 있어서, 방법이 셀룰로오스 스펀지를 반복적으로 린스하는 단계 및 5분 이내에 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 적어도 3 로그 감소를 제공하기 위해 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 스펀지 내에 적어도

0.02 중량%의 바이구아나이드를 유지하는 단계를 추가로 포함하는 셀룰로오스 스펀지.

청구항 11

제8항에 있어서, 방법이 셀룰로오스 스펀지를 물을 이용하여 반복적으로 린스하는 단계 및 5분 이내에 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 100% 감소를 제공하기 위해 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 스펀지 내에 적어도 0.5 중량%의 바이구아나이드를 유지하는 단계를 추가로 포함하는 셀룰로오스 스펀지.

청구항 12

제8항에 있어서, 투입 용액은 패키징된 셀룰로오스 스펀지의 수분 활성도(a_w)가 0.91 미만이 되도록 습윤제를 포함하는 셀룰로오스 스펀지.

청구항 13

5분 이내에 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 100% 감소를 제공하기 위해 패키지로부터의 셀룰로오스 스펀지의 제거 및 물을 이용한 100 사이클의 린스 및 짜내기 이후에 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.5 중량%의 바이구아나이드가 셀룰로오스 스펀지 내에 남아있는, 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 1.25 중량%의 바이구아나이드, 및 0.91 미만의 패키지 내 수분 활성도(a_w)가 되게 하는 습윤제를 포함하는 패키지 내 셀룰로오스 스펀지.

청구항 14

하기 단계를 포함하는, 항균성 세정 용품을 제조하는 방법:

셀룰로오스 스펀지를 제공하는 단계와;

셀룰로오스 스펀지 내에 적어도 0.1 중량%의 바이구아나이드를 함유하는 투입 용액을 흡수시키는 단계와;

셀룰로오스 스펀지 내에 바이구아나이드를 결합시키는 단계와;

밀봉된 패키지 내에 셀룰로오스 스펀지를 패키징하는 단계 (여기서, 패키징된 셀룰로오스 스펀지는 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.4 중량%의 바이구아나이드를 함유함).

청구항 15

제14항에 있어서, 셀룰로오스 스펀지를 반복적으로 린스하는 단계 및 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 적어도 3 로그 감소를 제공하기 위해 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.02 중량%의 바이구아나이드를 유지하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 16

제14항에 있어서, 패키징된 셀룰로오스 스펀지가 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 1.25 중량%의 바이구아나이드를 함유하는 방법.

청구항 17

제16항에 있어서, 셀룰로오스 스펀지를 반복적으로 린스하는 단계 및 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 100% 감소를 제공하기 위해 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 스펀지 내에 적어도 0.5 중량%의 바이구아나이드를 유지하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 18

제14항에 있어서, 투입 용액은 습윤제를 추가로 포함하며, 패키징된 셀룰로오스 스펀지의 수분 활성도(a_w)는 0.91 미만인 방법.

청구항 19

제18항에 있어서, 투입 용액이 10 내지 14 중량%의 염화마그네슘을 포함하는 방법.

청구항 20

하기 단계를 포함하는, 세정 구조체가 항균성으로 되는 능력을 유지하는 방법:

음이온성 작용기를 포함하는 셀룰로오스 스펤지를 제공하는 단계와;

양이온성 작용기를 갖는 바이구아나이드를 포함하는 투입 용액을 셀룰로오스 스펤지 내에 흡수시키는 단계와;

바이구아나이드의 양이온성 작용기를 셀룰로오스 스펤지의 음이온성 작용기에 결합시키는 단계와;

셀룰로오스 스펤지를 린스를 위해 물에 반복적으로 노출시키는 단계 (여기서, 결합된 바이구아나이드는 셀룰로오스 스펤지 내 미생물의 개수의 적어도 3 로그 감소를 제공하는 능력을 유지함).

명세서

기술 분야

[0001]

본 발명은 셀룰로오스 스펤지 및 셀룰로오스 스펤지의 유효 수명 전체에 걸쳐 셀룰로오스 스펤지가 영구적으로 항균성이 되도록 하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

셀룰로오스 스펤지는 다양한 표면을 세정하는 데 사용될 수 있다. 이들은 일반적으로 이들을 연성으로 유지하기 위해 약간 습한 상태로 소비자에게 판매되도록 패키징되고, 보관 유통 기한 동안 미생물의 성장을 방지하기 위해 항균제를 포함한다. 그러나, 셀룰로오스 스펤지는 만성적으로 습한 환경으로 인해 세균 및 곰팡이 성장에 취약하기로 유명하다. 종종, 보관 도중에 존재하는 항균제는 셀룰로오스 스펤지의 유효 수명 동안 불활성으로 되거나 불충분해지거나, 또는 쟁여진다. 따라서, 셀룰로오스 스펤지는 일반적으로 주방 및 욕실에서 사용되기 때문에 스펤지 내에 성장하는 미생물은 가정에서 건강 문제를 야기할 수 있다. 사용 동안 미생물 성장에 대해 더 큰 내성을 갖는 셀룰로오스 스펤지가 매우 요구되고 있다.

발명의 내용

[0003]

패키징 내 셀룰로오스 스펤지를 보존하기 위해 통상적으로 사용된 항균제가 후속 사용 도중에 계속하여 작용하지 않는 한편, 충분한 농도로 사용된 바이구아나이드(biguanide)로 공지된 특정 항균제가 주목할 만한 영속적인 결과를 제공함을 지금에 와서야 발견하였다. 바이구아나이드는 반복적인 세척에도 불구하고 셀룰로오스 스펤지 내에 결합된 채 남아있다. 건조 스펤지 중량 기준으로, 적어도 0.02 중량%의 바이구아나이드가 스펤지의 유효 수명 전체에 걸쳐 존재하고 활성인 채 남아있는 경우, 셀룰로오스 스펤지 내 미생물의 성장이 극적으로 감소된 채 있다.

[0004]

예를 들어, 물을 이용한 100회의 린스 및 짜내기(wringing) 이후에도, 적어도 0.02 중량%의 바이구아나이드를 유지하도록 바이구아나이드로 처리된 셀룰로오스 스펤지는 미생물 성장에서 3 로그 감소(log reduction)를 나타낸다. 이는 획기적 발전으로, 바이구아나이드가 통상적인 용도의 항균제로 알려져 있다고 하더라도, 본질적으로 영구적인 항균성 셀룰로오스 스펤지를 만들기 위한 바이구아나이드의 이러한 독특한 사용은 잠재적으로 중요한 공중 건강 상의 효과를 갖는다.

[0005]

많은 다른 항균제와는 달리, 바이구아나이드의 양이온성 작용기는 셀룰로오스 스펤지 재료의 음이온성 작용기에 결합하고 그럼으로써 적소에 바이구아나이드를 유지할 뿐만 아니라, 바이구아나이드가 활성인 채로 남아있어 단기간 내에 미생물을 감소시킬 수 있게 하는 방식으로 그렇게 하는 것으로 가정된다.

[0006]

따라서 본 발명은 셀룰로오스 스펤지의 유효 수명에 걸쳐 셀룰로오스 스펤지 내 세균, 곰팡이 및 진균류와 같은 미생물의 성장을 억제하거나 방지하는, 셀룰로오스 스펤지 내에 보유되는 항균제를 함유하는 셀룰로오스 스펤지를 제공한다. 일 실시 형태에서, 항균성을 갖는 셀룰로오스 스펤지는 아마도 수분을 함유하는, 밀봉된 용기 내에 패키징된다. 이러한 패키지의 경우, 패키지 내 수분 활성도를 낮추고 패키지 내 미생물의 성장을 방지하기 위해 항균성 세정 용품 내에 습윤제를 포함하는 것이 또한 바람직할 수 있다.

[0007]

일 실시 형태에서, 셀룰로오스 스펤지는 바이구아나이드를 포함한다. 셀룰로오스 스펤지는 셀룰로오스 스펤지 내 미생물의 적어도 3 로그 감소를 제공하기 위해 물을 이용한 100 사이클의 린스 및 짜내기 이후에 셀룰로오스 스펤지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.02 중량%의 바이구아나이드를 유지한다.

- [0008] 다른 실시 형태에서, 패키지 내 셀룰로오스 스펀지는 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.4 중량%의 바이구아나이드를 포함한다. 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 적어도 3 로그 감소를 제공하기 위해 패키지로부터의 제거 및 물을 이용한 100 사이클의 린스 및 짜내기 이후에 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.02 중량의 바이구아나이드가 스펀지 내에 남아있다.
- [0009] 다른 실시 형태에서, 셀룰로오스 스펀지는 셀룰로오스 스펀지를 제공하는 단계, 셀룰로오스 스펀지 내에 0.1 내지 2.0 중량%의 바이구아나이드를 포함하는 투입 용액을 흡수시키는 단계, 및 셀룰로오스 스펀지를 밀봉된 패키지 내에 패키징하는 단계를 포함하는 방법에 의해 제조된다. 패키징된 셀룰로오스 스펀지는 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.4 중량%의 바이구아나이드를 포함한다.
- [0010] 다른 실시 형태에서, 패키지 내 셀룰로오스 스펀지는 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 1.25 중량%의 바이구아나이드 및 패키지 내 수분 활성도(a_w)가 0.91 미만이 되게 하는 습윤제를 포함한다. 스펀지 내 미생물의 100% 감소를 제공하기 위해 패키지로부터의 셀룰로오스 스펀지의 제거 및 물을 이용한 100 사이클의 린스 및 짜내기 이후에 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.5 중량%의 바이구아나이드가 셀룰로오스 스펀지 내에 남아있다.
- [0011] 다른 실시 형태에서, 항균성 세정 용품을 제조하는 방법은 셀룰로오스 스펀지를 제공하는 단계, 셀룰로오스 스펀지 내에 적어도 0.1 중량%의 바이구아나이드를 함유하는 투입 용액을 흡수시키는 단계, 셀룰로오스 스펀지 내에 바이구아나이드를 결합시키는 단계, 셀룰로오스 스펀지를 밀봉된 패키지 내에 패키지하는 단계를 포함하며, 여기서, 패키징된 셀룰로오스 스펀지는 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.4 중량%의 바이구아나이드를 포함한다.
- [0012] 다른 실시 형태에서, 세정 구조체가 항균성으로 되는 능력을 유지하는 방법은 음이온성 작용기를 포함하는 셀룰로오스 스펀지를 제공하는 단계와; 양이온성 작용기를 갖는 바이구아나이드를 포함하는 투입 용액을 셀룰로오스 스펀지 내에 흡수시키는 단계와; 바이구아나이드의 양이온성 작용기를 셀룰로오스 스펀지의 음이온성 작용기에 결합시키는 단계와; 셀룰로오스 스펀지를 린스를 위해 물에 반복적으로 노출시키는 단계를 포함한다. 결합된 바이구아나이드는 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 개수의 적어도 3 로그 감소를 제공한다.
- [0013] 셀룰로오스 스펀지 재료 내 미생물의 성장에 대한 장기간의 활성인 채로의 체류(active residence)를 달성하기에 충분한 결합을 제공하는 양이온성 작용기를 갖는 다른 항균제가 본 명세서에 따라 유용할 것임이 또한 이해될 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0014] 소정의 기간에 걸쳐 사용될 수 있는 세정 용품의 경우, 세정 용품 자체는 세정 공정 동안 미생물이 서식하고 확산되는 근원이 되어서는 안된다. 미생물의 성장에 적당한 환경이 존재하는 한, 세정 용품은 열화될 수 있다. 특히 열화가 사용 전에 패키지 내에서 발생하는 경우, 세균 및 진균류가 일반적으로 제품의 열화에 책임이 있는 미생물이다. 세균은 탄소원, 적당한 대기, 적당한 환경적 온도 및 pH, 및 성장을 위한 수분을 요구한다. 모든 진균류가 산소를 요구하고, 요구되는 수분 수준은 세균에 대한 것보다 더 넓은 범위에 걸쳐 달라지는 것을 제외하고는, 진균류는 유사한 성장 요건을 갖는다. 성장은 본 명세서에서 개별적인 세균 세포의 확대이기보다는 오히려 총 세균 집단의 증가로서 정의된다.
- [0015] 스펀지는 보편적인 세정 용품이다. 스펀지는 흡수 특질을 갖는 가벼운, 섬유성 연결 구조체이다. 스펀지는 합성 중합체, 예를 들어 우레탄 및 천연 중합체성 셀룰로오스 - 이는 본 명세서에서 셀룰로오스 스펀지로 언급됨 - 를 포함하는 다양한 상이한 재료로부터 제조될 수 있다. 셀룰로오스 스펀지는 그의 탁월한 수분 흡수 특질 때문에 독특한 세정 용품이다. 셀룰로오스 스펀지는 매우 친수성으로서 그 자체 중량의 10배의 물-보유능(water-holding capacity)을 갖는다. 셀룰로오스 스펀지는 또한 탁월한 습윤 강도(wet strength)를 나타내고 유체의 제공 및 액체의 흡수 둘 모두가 가능하다.
- [0016] 일반적으로, 셀룰로오스 스펀지는 비스코스(viscose) 셀룰로오스 내에 황산나트륨 결정을 분산시킴으로써 제조된다. 일단 비스코스 셀룰로오스와 혼합되면, 황산나트륨 결정은 비스코스 셀룰로오스를 가열함으로써 셀룰로오스 스펀지로부터 용해되어 나오는 한편, 비스코스 셀룰로오스는 재생되거나 불용성 상태로 응결된다. 이는 그의 높은 수분 흡수능에 기여하는 셀룰로오스 스펀지 내에 기공을 생성한다. 일단 재생되면, 비스코스 셀룰로오스 스펀지는 린스된다. 셀룰로오스 스펀지는, 이로 한정되는 것은 아니지만, 목재, 목재 펠프, 재활용 셀룰로오스 스펀지, 또는 다른 천연 섬유와 같은 원료를 포함하여 다양한 셀룰로오스로부터 제조될 수 있는 것으로

이해된다. 셀룰로오스 스펀지는 염료, 향료, 방향제, 계면활성제, 및 보강 섬유와 같은 추가의 재료를 포함할 수 있는 것으로 이해된다. 보강 섬유는 천연 섬유, 조직 분진(tissue dust), 개방 세わた(open shredded) 펄프 섬유, 면 섬유일 수 있다. 천연 섬유에는 면, 모, 실크, 대마, 대나무, 비스코스 섬유, 예를 들어 레이온이 포함된다.

[0017] 셀룰로오스 스펀지의 탁월한 수분 흡수 특질은 결점을 생성할 수 있다. 셀룰로오스 스펀지 내에 흡수된 수분은 원치 않는 미생물을 함유할 수 있다. 일단 셀룰로오스 스펀지 내에 흡수되면, 미생물은 셀룰로오스 스펀지 내에서 발견되는 습한 환경 내에 남아있고, 번성하고 배가될 수 있다. 미생물은 건강 및 안전성 문제를 일으킬 수 있다. 예를 들어, 세정 도중에, 셀룰로오스 스펀지 내 다양한 미생물은 사용자가 세정하고 있다고 여기는 다른 표면으로 옮겨질 수 있고, 실제로는 이때 사용자는 다른 표면 위로 미생물을 확산시키고 있다.

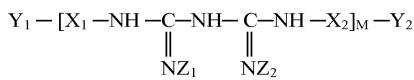
[0018] 또, 셀룰로오스 스펀지의 다양한 수분 흡수로 인해, 다양한 물 또는 다른 세정 용액이 린스 도중에 셀룰로오스 스펀지에 노출될 수 있다. 항균제로 처리된 다수의 셀룰로오스 스펀지가 항균 효과를 발휘하지만, 항균제가 물로의 린스시에 또는 용품이 세정 응용에 사용되는 경우에 셀룰로오스 스펀지로부터 씻겨나가기 때문에 장기간 지속되는 항균 활성을 갖지 않는다.

[0019] 셀룰로오스 스펀지는 폐기되기 전에 반복적으로 사용된다. 소비자는 30일 이상 동안 적어도 1일 1회 셀룰로오스 스펀지를 사용할 수 있다. 일부 경우에는, 셀룰로오스 스펀지는 60일 이상 동안 1일 2회 이상 사용될 수 있다. 세정 공정 동안, 셀룰로오스 스펀지는 종종 매우 다양한 물에 노출된다. 따라서, 셀룰로오스 스펀지 내 항균 효능이 1회 사용 이상으로, 그리고 특히 일련의 린스 이상으로 남아있는 것이 중요하다.

[0020] 셀룰로오스 스펀지 내로의 바이구아나이드의 혼입은 패키징 도중에 셀룰로오스 스펀지 내 미생물, 이로 한정되는 것은 아니지만, 예컨대 세균, 진균류, 곰팡이, 흰곰팡이, 및/또는 바이러스를 부분적으로 또는 완전히 사멸하는 데 효과적일 뿐만 아니라, 물에서 셀룰로오스 스펀지의 일련의 적어도 10회, 바람직하게는 적어도 50회, 및 더욱 바람직하게는 적어도 100회의 린스 이후에 셀룰로오스 스펀지 내 미생물을 부분적으로 또는 완전히 사멸하는 데에도 효과적이다. "린스하다"는 흐르는 수돗물 아래에 셀룰로오스 스펀지를 놓고, 셀룰로오스 스펀지를 물로 거의 흠뻑 적시고, 셀룰로오스 스펀지로부터 여분의 물을 짜내고, 이를 2회 내지 3회 반복하는 것으로 간주된다.

[0021] 요약하면, 본 출원인은 바이구아나이드의 일부가 최초 사용 후 셀룰로오스 스펀지로부터 초기에 린스되어 나가더라도, 유효량의 바이구아나이드가 셀룰로오스 스펀지 내에 남아있어 셀룰로오스 스펀지의 의도된 유효 수명 동안 셀룰로오스 스펀지 내 미생물을 감소시킴을 발견하였다.

[0022] 셀룰로오스 스펀지에 포함될 수 있는 하나 이상의 바이구아나이드 화합물에는, 하기 일반 화학식을 갖는 화합물이 포함되지만, 이로 한정되는 것은 아니다:



[0023]

[0024] 여기서, X_1 및 X_2 는 수소 또는 임의의 지방족, 치환족, 방향족, 치환된 지방족, 치환된 방향족, 헤테로지방족, 복소환식, 또는 헤테로방향족 화합물, 또는 이들의 임의의 혼합물이다. Y_1 및 Y_2 는 임의의 지방족, 치환족, 방향족, 치환된 지방족, 치환된 방향족, 헤테로지방족, 복소환식, 또는 헤테로방향족 화합물, 또는 이들의 임의의 혼합물이다. M 은 1과 같거나 1보다 큰 수이다. 전형적으로, M 은 바이구아나이드 화합물의 분자량이 약 1000-1400 그램/몰이 되게 하는 평균값을 갖지만; 분자량은 이보다 더 크거나 더 작을 수 있다. 일반적으로, M 은 약 2-20이다. Z_1 및 Z_2 는 수소 또는 염에 결합된 수소이다. 상기에 언급된 유기 재료는 화합물의 금속성 기재에의 결합을 허용하기 위해 이들의 구조 내에 티올기를 갖도록 개질될 수 있거나, 비-금속성 기재 상에의 직접적인 고정화를 가능케 하기 위해 다른 작용기로 유도체화될 수 있다. 상기에 언급된 유기 재료는 또한 표면에의 직접적인 고정화를 가능케 하기 위해 하이드록시, 아민, 할로겐, 에폭시, 알킬 또는 알콕시 실릴 작용기와 같은 기를 혼입하도록 적절히 작용화될 수 있다. 염에는 무기산과의 염, 예를 들어 염산염, 플루오르화수소산염, 질산염, 황산염 및/또는 인산염, 및/또는 유기산과의 염, 예를 들어 카르복실산염, 아세트산염, 벤조산염, 주석산염, 아디프산염, 락트산염, 포름산염, 말레인산염, 글루탐산염, 아스코르브산염, 시트르산염, 글루콘산염, 옥살산염, 석신산염, 파모산염, 살리실산염, 이세티온산염(isethionate), 석시니메이트(succinimate), 모노-다이글리콜산염, 다이메탄설폰산염, 다이-아이소부티르산염, 및/또는 글루코헵تون산염이 포함될 수 있다. 이를 화합물

의 특정 예에는 폴리헥사메틸렌 바이구아나이드 염산염, p-클로로페닐 바이구아나이드; 및 4-클로로벤즈하이드릴 바이구아나이드가 포함되지만, 이로 한정되는 것은 아니다. 이 실시 형태의 다른 태양에서, 바이구아나이드 화합물에는 이로 한정되는 것은 아니지만, 클로르헥시딘(1,1'-헥사메틸렌-비스-5-(4-클로로페닐 바이구아나이드) 및 그의 염과 같은 할로겐화 헥시딘이 포함되지만, 이로 한정되는 것은 아니다. 하나의 특허 적합한 바이구아나이드는 미국 코네티컷주 노르워크 소재의 아치 케미칼(Arch Chemical)에 의해 상품명 반토실 아이비(VANTOCIL IB)(등록상표)로서 수성 용액의 형태로 시판되는, 폴리헥사메틸렌바이구아나이드 염산염, 또는 PHMB이다.

[0025] 셀룰로오스 스펀지를 제조하는 프로세싱 도중에, 셀룰로오스의 일부는 산화되어 카르복실레이트기를 제공한다. 바이구아나이드는 양이온성 중합체이다. 셀룰로오스 스펀지 내 바이구아나이드의 양으로 하전된 부분과 음으로 하전된 카르복실레이트기 사이의 정전기적 상호작용은 바이구아나이드의 결합을 야기한다. 바이구아나이드는 셀룰로오스 스펀지 내에 강하게 결합한다. 그러나, 투입 재료 및 가공(processing)의 다양성으로 인해, 셀룰로오스 스펀지 내 바이구아나이드의 결합 정도는 달라질 수 있다. 일반적으로, 본 출원인은 패키징된 셀룰로오스 스펀지(린스되지 않음) 내 바이구아나이드의 40 내지 60%가 셀룰로오스 스펀지 내에 결합하는 것을 발견하였다. 이로 인해, 본 출원인은 셀룰로오스 스펀지의 의도된 수명에 걸쳐 셀룰로오스 스펀지 내 미생물을 부분적으로 또는 완전히 사멸하는 바이구아나이드의 장시간 지속되는 유효성이 있음을 발견하였다.

[0026] "사용된" 셀룰로오스 스펀지는 일련의 린스에 노출되었다. 사용된 셀룰로오스 스펀지는 일련의 100회 린스에 노출된 것으로 결정되었다. 사용된 셀룰로오스 스펀지는 셀룰로오스 스펀지 내 미생물을 부분적으로 또는 완전히 사멸하는 바이구아나이드의 최소 수준을 유지해야 한다. 또한, 바이구아나이드 화합물 함량은 경제적 비용 고려 사항, 제형 안정성 요건, 및/또는 바이구아나이드 함유 제품의 의도된 용도에 의해 전형적으로 제한된다.

[0027] 일 실시 형태에서, 0.05 내지 1.2 중량%의 바이구아나이드를 함유하는 투입 용액은 셀룰로오스 스펀지 내에 흡수되어 셀룰로오스 스펀지를 흠뻑 적신다. 여분의 액체를 셀룰로오스 스펀지로부터 짜낸다. 일반적으로, 바이구아나이드 함유 투입 용액의 흡수 및 패키징 이후에는 린스가 일어나지 않는다. 린스 전, 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.4 중량%의 바이구아나이드를 함유하는 패키징된 셀룰로오스 스펀지는 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.02 중량%의 바이구아나이드를 함유하는 사용된 셀룰로오스 스펀지로 이어질 것이다. 이 실시 형태에 있어서, 사용된 셀룰로오스 스펀지는 접종 24시간 이내, 전형적으로 1시간 이내, 및 더욱 전형적으로 5분 이내에 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 3 로그 감소를 생성하는 능력을 유지한다.

[0028] 일 실시 형태에서, 0.1 내지 2.0% wt의 바이구아나이드를 함유하는 투입 용액은 셀룰로오스 스펀지 내에 흡수되어 셀룰로오스 스펀지를 흠뻑 적신다. 여분의 액체를 셀룰로오스 스펀지로부터 짜낸다. 일반적으로, 바이구아나이드 함유 투입 용액의 흡수 및 패키징 이후에는 린스가 일어나지 않는다. 린스 전, 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 1.25 중량%의 바이구아나이드를 함유하는 패키징된 셀룰로오스 스펀지는 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.5 중량%의 바이구아나이드를 함유하는 사용된 셀룰로오스 스펀지로 이어질 것이다. 이 실시 형태에 있어서, 사용된 셀룰로오스 스펀지는 접종 24시간 이내, 전형적으로 1시간 이내, 및 더욱 전형적으로 5분 이내에 셀룰로오스 스펀지 내 미생물의 100% 감소를 생성하는 능력을 유지한다.

[0029] 선택적으로, 다른 항균제 및/또는 항진균제가 셀룰로오스 스펀지 내에 포함될 수 있다. 선택적 항균제에는 양이온성 아민 항균 화합물이 포함되는데, 이에는 항균성 양성자화 3차 아민 및 소분자형 4차 암모늄 화합물이 포함된다. 4차 암모늄 화합물은 일반적으로 그람 양성(예컨대, 스타필로코커스 종(Staphylococcus sp.) 및 그람 음성(예컨대, 에스케리키아 콜라이(Escherichia coli)) 미생물 둘 모두에 대해 효능을 갖는 "광범위 스펙트럼" 항균성 양이온성 화합물로 간주된다. 따라서, 4차 암모늄 화합물은 패키지 내 셀룰로오스 스펀지에 있어서 항균 목적으로 포함될 수 있고, 이러한 목적에 효과적인 양으로 존재해야만 한다. 4차 암모늄 화합물의 선택이 결정적인 것은 아니다. 전형적으로 이들은 바람직하게는 모노-장쇄, 트라이-단쇄, 테트라알킬-암모늄 화합물, 다이-장쇄, 다이-단쇄 테트라알킬-암모늄 화합물, 및 이들의 혼합물로부터 선택된다. 사슬은 직쇄이거나 분지 형일 수 있다. N-복소환식 고리 화합물이 또한 4차 암모니아 화합물로 간주된다. 예시적인 소분자형 4차 암모늄 화합물에는 벤즈알코올 클로라이드 및 이의 알킬 치환된 유도체, 다이-장쇄 알킬(C8-C18) 4차 암모늄 화합물, 세틸피리디늄 할라이드 및 이의 유도체, 벤제토늄 클로라이드 및 이의 알킬 치환된 유도체, 옥테니딘(octenidine) 및 이들의 상용성 조합이 포함된다.

[0030] 셀룰로오스 스펀지가 습윤될 때, 이들은 상대적으로 연성이고 유연하다. 그러나, 셀룰로오스 스펀지가 건조된 후에는, 이것은 경성이고 딱딱하다. 따라서, 셀룰로오스 스펀지는 전형적으로 밀봉된 플라스틱 랩 내에 약간

축축한 상태로 패키징된다. 패키지 내 습기로 인해, 최초 사용 전에 셀룰로오스 스펀지가 패키지 내에 있는 동안 미생물의 성장이 일어날 수 있다. 제품을 보존하고 패키지 안정성을 촉진하기 위해 항균제, 방부제, 및 살균 기술의 사용을 비롯한 다양한 방법이 있다. 수분 활성도(a_w)는 시스템 내 수분의 에너지 상태의 측정치이다.

수분 활성도는 때때로 시스템 내에서 "자유수(free water)", "결합수(bound water)", 또는 "유효수(available water)"로 정의된다. 패키지 내 셀룰로오스 스펀지의 수분 활성도의 제어는 패키지 내에 있는 동안 미생물 성장을 촉진하는 데 이용될 수 있는 수분의 양을 제어할 것이다. 세균과 같은 다수의 미생물은 0.99의 수분 활성도 수준을 선호하고, 대부분은 성장하는 데 0.91보다 큰 수분 활성도를 요구한다. 염 및 당과 같은 습윤제의 첨가는 물에 '결합하여' 수분 활성도를 낮추고 그에 따라 미생물 성장을 제어한다. 따라서, 패키지 내에 있는 동안 세정 제품의 보존을 위해, 습윤제를 포함시켜 0.91 미만의 수분 활성도를 제공할 수 있다.

[0031] 가능한 항균 효과 이외에, 습윤제의 포함은 패키지 내에서, 그리고 패키지를 개봉한 직후에 사용하기에 연성이 있고 유연한 셀룰로오스 스펀지를 생성한다. 그러나, 습윤제는 일단 셀룰로오스 스펀지가 린스되면 셀룰로오스 스펀지 내에 남아있지 않는다.

[0032] 하기 실시예에서, 본 출원인은 패키징된 스펀지 내 바이구아나이드의 40 내지 60%가 린스 이후에 셀룰로오스 스펀지 내에 보유되고, 이러한 보유는 습윤제의 농도에 의존적인 것 같지 않음을 발견하였다. 사용자가 규정 시간 외에 반복적으로 사용할 의도인 셀룰로오스 스펀지의 경우, 셀룰로오스 스펀지 내에 항균제를 보유하는 것이 바람직하다. 본 출원인의 지식은 습윤제의 농도가 셀룰로오스 스펀지 내 바이구아나이드의 보유에 영향을 미치지 않으며 습윤제의 양은 습윤제가 패키징된 셀룰로오스 스펀지에 제공하는 요구되는 수분 활성도 또는 요구되는 "연성"과 같은 다른 요인들에 기초하여 선택되어져야 함을 보여준다.

[0033] 셀룰로오스 스펀지 내에 습윤제를 도입하는 다양한 방법이 있다. 하나의 방법은 패키징 전에 셀룰로오스 스펀지 내에 흡수되는 투입 용액 내에 습윤제를 포함시키는 것일 수 있다. 바이구아나이드는 습윤제 용액 내에 포함될 수 있거나, 또는 바이구아나이드는 습윤제가 셀룰로오스 스펀지 내에 도입되기 전 또는 후에 셀룰로오스 스펀지 내에 흡수될 수 있다.

[0034] 적합한 습윤제에는 양이온성 염이 포함될 수 있다. 염은, 이러한 화합물이 다수 유형의 양이온성 항균제와 비교하여 일반적으로 저렴하다는 점에서 바람직한 습윤제이다. 이로 한정되는 것은 아니지만, 1가 염, 2가 염, 유기 염 등과 같은 다양한 다른 염들이 사용될 수 있다. 이들 염에는 아세트산염, 아세틸리드, 암모늄염(4차화물 제외), 비산염, 아스타티드(astatides), 아자이드(azides), 바이할라이드 염, 중탄산염, 이황화물, 봉소화물, 봉소수소화물, 봉소할로겐화물, 카르코네이트(carbonates), 시트르산염, 시안산염, 시안화물, 포름산염, 게르마늄산염(germanates), 글리신산염, 할레이트(halates), 할로겐화물, 수소화물, 하이드로셀레나이드(hydroselenides), 하이드로설파이드(hydrosulphides), 수산화물, 이미드, 메타니오븀산염(metaniobates), 메타안탈레이트(metaantalates), 메타바나듐산염(metavanadates), 질산염, 질화물, 아질산염, 산화물, 과염소산염, 인산염, 포스포늄염, 셀렌화물, 아셀렌산염(selenites), 셀렌산염, 황화물, 황산염, 3차염, 테트라알킬-암모늄염, 텔루르화물(tellurides), 티오시안산염, 및/또는 바나듐산염이 포함되지만, 이로 한정되는 것은 아니다. 이 실시 형태의 일 태양에서, 항균제에는 시트르산칼륨, 시트르산나트륨, 주석산나트륨, 주석산칼륨, 락트산칼륨, 락트산나트륨, 살리실산나트륨 및/또는 살리실산칼륨, 황산마그네슘, 염화마그네슘, 염화나트륨, 염화암모늄, 및/또는 염화칼륨이 포함되지만, 이로 한정되는 것은 아니다.

[0035] 일 실시 형태에서, 습윤제는 $MgCl_2$ 이다. 만약 0.91 미만의 수분 활성도를 달성하기 위해 $MgCl_2$ 를 포함한다면, 투입 용액의 적어도 10 중량%가 $MgCl_2$ 이어야 한다. 그러나, 너무 많은 습윤제는 침전을 야기할 수 있다. 따라서, 만약 포함된다면, $MgCl_2$ 는 투입 용액의 14 중량%를 초과하지 않아야 한다.

[0036] 본 명세서에 기술된 바와 같은 항균성 셀룰로오스 스펀지를 제조하기 위해, 린스된 재생 셀룰로오스 스펀지를 바이구아나이드를 함유하는 투입 용액에 노출시킨다. 린스된 재생 셀룰로오스 스펀지는 일반적으로 40 내지 70% 물의 수분 함량을 갖는다. 대안적으로, 바이구아나이드 함유 투입 용액이 건조 셀룰로오스 스펀지 내로 흡수될 수 있다. 투입 용액은 셀룰로오스 스펀지에 의해 흡수되어 셀룰로오스 스펀지를 흠뻑 적신다. 일반적으로, 투입 용액은 0.05 내지 2.0 중량%의 바이구아나이드를 포함하여 셀룰로오스 스펀지 내 미생물을 부분적으로 또는 완전히 사멸하는 데 충분한 수준의 바이구아나이드를 유지하는 사용된 셀룰로오스 스펀지로 이어진다. 투입 용액은 추가로 습윤제 또는 다른 항균제를 포함할 수 있다. 대안적으로, 만약 포함된다면, 습윤제 또는 다른 항균제는 바이구아나이드의 흡수 전 또는 바이구아나이드의 흡수 후에 셀룰로오스 스펀지 내로 도입 및 흡수될 수 있다.

- [0037] 셀룰로오스 스펀지 내로의 투입 용액의 흡수에 이어, 여분의 액체를 셀룰로오스 스펀지로부터 짜낸다. 이어서, 셀룰로오스 스펀지를 적절한 크기로 전환시키고 밀봉된 필름 내에 패키징한다. 일 실시 형태에서, 패키징된 셀룰로오스 스펀지는 전형적으로 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.4 중량%의 바이구아나이드를 함유하여, 셀룰로오스 스펀지 내 미생물을 부분적으로 또는 완전히 사멸하기에 충분한 양인, 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.02 중량%의 바이구아나이드를 유지하는 사용된 셀룰로오스 스펀지를 달성한다. 다른 실시 형태에서, 패키징된 셀룰로오스 스펀지는 전형적으로 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 1.25 중량%의 바이구아나이드를 함유하여, 셀룰로오스 스펀지 내 미생물을 부분적으로 또는 완전히 사멸하는 데 충분한 양인, 셀룰로오스 스펀지의 건조 중량을 기준으로 적어도 0.5 중량%의 바이구아나이드를 유지하는 사용된 셀룰로오스 스펀지를 달성한다.
- [0038] 본 발명의 특정 실시 형태가 본 명세서에 제시되고 기술되었다고 하더라도, 이들 실시 형태는 본 발명의 원리의 응용에서 고안될 수 있는 다수의 가능한 특정 배열을 단지 예시하는 것임이 이해된다. 다수의 그리고 다양한 다른 배열이 본 발명의 사상 및 범주로부터 벗어나지 않고도 당업자에 의해 이들 원리에 따라 고안될 수 있다. 따라서, 본 발명의 범주는 본 출원에 기술된 구조로 제한되는 것이 아니고 특허청구범위의 언어에 의해 기술된 구조 및 그들 구조의 등가물에 의해서만 제한되어야 한다.
- [0039] [실시예]
- [0040] 항균 용액의 제조
- [0041] 구매가능한 바이구아나이드 용액(반토실(Vantocil) IB, 폴리헥사메틸렌 바이구아나이드 염산염, 미국 코네티컷 주 체셔 소재의 아치 케미칼 컴퍼니로부터 입수가능) 20 중량%를 물로 희석하여 요구되는 바이구아나이드 농도를 수득하였다.
- [0042] 셀룰로오스 스펀지의 제조
- [0043] 셀룰로오스 스펀지 블록을 통상적인 공정(전기적 응결을 이용한 비스코스 공정)에 의해 제작하였다. 이어서 셀룰로오스 스펀지 블록을 열수로 린스하고, 차아염소산염을 함유하는 수성 용액으로 표백하고, 물로 린스하고, 전환 및 패키징 전에 염화마그네슘($MgCl_2$)으로 린스하였다. 대안적으로, 물 모두 미국 미네소타주 세인트폴 소재의 쓰리엠 컴퍼니(3M Company)로부터 입수가능한, 오-셀-오(O-Cel-O)(등록상표) 스펀지 또는 스카치-브라이트(Scotch-Brite)(등록상표) 스크립 스펀지와 같은 패키징된 셀룰로오스 스펀지를 사용하였다.
- [0044] 상기 셀룰로오스 스펀지들 중 어느 하나에 있어서, 셀룰로오스 스펀지를 흐르는 수돗물 아래에 놓고, 셀룰로오스 스펀지를 물로 거의 흡뻑 적시고, 셀룰로오스 스펀지로부터 여분의 물을 손으로 짜내고, 이를 50회 반복함으로써, 셀룰로오스 스펀지를 린스하여 임의의 염화마그네슘을 제거하여 셀룰로오스 스펀지를 준비하였다.
- [0045] 셀룰로오스 스펀지 내로의 바이구아나이드
- [0046] $MgCl_2$ 함유 또는 무함유의 용액 형태의 바이구아나이드 화합물을 준비된 셀룰로오스 스펀지 내에 흡수시켜 셀룰로오스 스펀지를 흡뻑 적시고 항균성 셀룰로오스 스펀지를 형성하였다. 여분의 액체를 셀룰로오스 스펀지로부터 짜내었다. 바이구아나이드를 셀룰로오스 스펀지로부터 추출하고, 추출된 용액을 흡광 광도법(absorption spectrophotometry)(미국 캘리포니아주 풀러톤 소재의 베크만 인스트루먼츠 잉크.(Beckman Instruments Inc.)로부터 구매한 베크만 DU-640 분광 광도계(Beckman DU 640 Spectrophotometer))에 의해 바이구아나이드에 대해 시험하였다.
- [0047] 시험 방법 및 재료
- [0048] 하기 실시예에서 제조된 용품을 하기 방법에 따라 평가하였다.
- [0049] 물 린스 프로토콜
- [0050] 사용한 스펀지를 시뮬레이션하기 위한 물 린스 프로토콜은 바이구아나이드 함유 셀룰로오스 스펀지를 물로 흡뻑 적시고 그 후에 흡뻑 적신 셀룰로오스 스펀지를 손으로 짜내는 것으로 이루어져 있다. 일반적으로, 물은 흐르는 수돗물이었다. 린스 및 짜내기 사이클을 반복하였고 반복한 이 사이클의 회수를 데이터에 표시한다. 일반적으로, 린스 및 짜내기 사이클을 50회 또는 100회 반복하였다.
- [0051] 세균 사멸 분석(참조 AATCC 100)
- [0052] "사멸 분석(kill assay)" 또는 방부 시험은 소정의 시간 코스 동안의 항균제의 효능을 결정한다. 이 시험에 있

어서의 통과/실패 지표는 보편적으로 시험할 대상 내로 도입된 미생물의 개수에 있어서의 3 로그 감소이다.

[0053] 제조된 세균을 허용하는 셀룰로오스 스펀지에 바이구아나이드 함유 투입 용액을 흡수시키고, 이어서 물 린스 프로토콜에 처하여 셀룰로오스 스펀지에 대한 항균 처리의 내구성 평가를 허용하였다. 이 시험에서, 물 린스 프로토콜은 흐르는 수돗물 아래에 놓는 대신에 셀룰로오스 스펀지를 탈이온수에 담그는 것을 포함하였다. 이어서 샘플을 플라스틱 백 내에 놓아두었다.

[0054] 본 시험에 사용된 세균의 혼탁액을 0.5 맥팔랜드 등가 탁도 표준물(McFarland Equivalence Turbidity Standard)과 동일한 탁도의 0.1% 웨튼 수용액에서 제조하였다. 이 표준물은 전형적으로 대략 밀리리터당 1.5×10^8 콜로니 형성 단위(colony forming unit, CFU)의 세균 계수를 생성한다. 셀룰로오스 스펀지 샘플을 $3.8 \times 6.3 \times 2.5$ cm ($1.5'' \times 2.5'' \times 1.0''$ 인치) 크기(정면 면적 24.2 cm^2 (3.75 in^2))로 절단하였다. 셀룰로오스 스펀지를 이중으로 공급하였다. 사용한 시험 유기체는 하기와 같다:

[0055] a. 살모넬라 콜레라에수이스(*Salmonella choleraesuis* subsp.) 콜레라에수이스 세로바 타이피뮤리움(*serovar typhimurium*)(ATCC 14028; 현재는 ATCC 은행에서 살모넬라 엔테리카 아종(*Salmonella enterica* subsp.) 엔테리카로 불림)

[0056] b. 슈도모나스 아에루기노사(*Pseudomonas aeruginosa*)(ATCC 15442) 또는 슈도모나스 푸티다(*Pseudomonas putida*)

[0057] c. 스타필로코커스 아우레우스(*Staphylococcus aureus*)(ATCC 6538)

[0058] d. 에스케리키아 콜라이(ATCC11229)

[0059] e. 셰와넬라 푸트레파시엔스(*Shewanella putrefaciens*)(ATCC 8071)

[0060] 시험 셀룰로오스 스펀지를 살균 월팩(Whirlpak)(상품명) 백 내에 넣었다. $100 \mu\ell$ 접종물을 22 ml 의 웨튼수에 첨가하고 셀룰로오스 스펀지에 접종하는 데 사용하였다. 세균을 혼합하기 위해, 셀룰로오스 스펀지를 백 내에서 수동으로 반복적으로 쥐어짜 세균 혼탁액이 균일하게 분포하게 하고 셀룰로오스 스펀지 내로 상기 액체가 재흡수되게 하였다. 셀룰로오스 스펀지가 든 백은 실험 전체에 걸쳐 실온($20\text{--}25^\circ\text{C}$)에서 인큐베이션시켰다. 0 및 24시간 관독을 위해, 셀룰로오스 스펀지 세균 접단을 각각 5분 및 24시간의 접촉 시간 후 측정하였다.

[0061] 접종 5분(접종 직후) 및 24시간 후의 시점에서 셀룰로오스 스펀지의 샘플링이 일어났다. 상기 액체를 셀룰로오스 스펀지로부터 짜내고 $100 \mu\ell$ 의 용액을 백으로부터 꺼냈다. 추출물을 9.9 ml 의 웨튼수에 넣고 와동에 의해 혼합하였다. 계수 가능한 범위가 달성될 때까지 연속 희석액을 쓰리엠 페트리필름(Petrifilm)(상품명) 플레이트(1 ml) 상에 도말하였다. 플레이트를 35°C 에서 24시간 동안 인큐베이션하고 쓰리엠 페트리필름(상품명) 플레이트 관독기를 사용해 계수하였다.

진균류 챌린지 시험(참조 ASTM G21-96)

[0063] 제조된 세균을 허용하는 셀룰로오스 스펀지에 바이구아나이드 함유 투입 용액을 흡수시키고, 이어서 물 린스 프로토콜에 처하여 셀룰로오스 스펀지에 대한 항균 처리의 내구성 평가를 허용하였다. 이 시험에서, 물 린스 프로토콜은 흐르는 수돗물 아래에 놓는 대신에 셀룰로오스 스펀지를 탈이온수에 담그는 것을 포함하였다. 이어서 샘플을 플라스틱 백 내에 놓아두었다.

[0064] 공지된 농도의 혼합된 진균류 포자 혼탁액을 샘플 표면 위로 에어로졸화하고 이 물질을 28°C / 95% 상대 습도에서 28일간 인큐베이션함으로써 표준화 시험 방법 ASTM G21-96을 이용하여 셀룰로오스 스펀지를 시험하였다. 시험 셀룰로오스 스펀지를 최소 염(M-9) 한천 플레이트의 표면 위에 무균적으로 두고 접종하였다. 사용한 배지는 탄소원을 함유하지 않았다. 따라서, 진균류 성장은 샘플 성분의 분해를 나타내었다. 표준 시험에서 하기 유기체를 사용하였다:

진균류	ATCC No.
아스페르길루스 나이거(<i>Aspergillus niger</i>)	9642
페니실리움 피노필룸(<i>Penicillium pinophilum</i>)C	11797
케토비움 글로보슘(<i>Chaetomium globosum</i>)	6205
글리오클라디움 비렌스(<i>Gliocladium virens</i>)	9645
아우레오바시디움 풀루란스(<i>Aureobasidium pullulans</i>)	15233

[0065]

[0066] 접종 5일, 12일, 15일, 및 29일 후의 시점에서 셀룰로오스 스펀지의 샘플링이 일어났다. 진균류 성장의 존재에

대해 시험 셀룰로오스 스펀지를 조사하였고, 성장의 수준을 하기에 나타낸 바와 같이 등급을 매겼다. 양성 대조군으로서의 역할을 하게 하기 위하여 한 조각의 살균 여과지를 또한 접종하였다.

등급 규모:	0	무 성장
	1	0 - 10% 커버리지(coverage), 미비한 성장
	2	10 - 30% 커버리지, 경미한 성장
	3	30 - 60% 커버리지, 중간 정도의 성장
	4	> 60% 커버리지, 큰 성장

[0067]

[0068] 셀룰로오스 스펀지 내 수분 활성도(a_w)

[0069] 수분 활성도(a_w)는 미생물의 성장을 지지하는 데 이용될 수 있는 자유수의 양의 측정치이다. 수분 활성도(water activity)는 "결합수"를 포함하는 총 수분 함량과는 대조적으로 수분 내용물의 활성 부분을 표현한다. 수분 활성도를 결정하기 위한 냉각경식/노점식 습도 측정 방법(chilled mirror/dew point hygrometric methodology)을 이용함으로써 데카곤 디바이스 인크.(Decagon Devices, Inc.)의 아쿠아랩(AquaLab) CX-2를 사용해 측정을 수행하였다. 셀룰로오스 스펀지를 3.8 cm(1.5" 인치) 직경 및 2.54 cm(1/16 인치) 두께를 갖는 디스크로 절단하였다.

[0070]

[실시예]

[0071] 하기 실시예는 본 발명의 태양을 추가로 설명한다. 달리 표시되지 않는다면, 모든 부 및 백분율은 중량 기준이다.

[0072]

실시예 1

[0073]

표 1로부터의 액체 바이구아나이드 용액을 준비된 셀룰로오스 스펀지에 도입하고 셀룰로오스 스펀지 내로 액체 바이구아나이드 용액을 흡수시켜 셀룰로오스 스펀지를 흠뻑 적심으로써 셀룰로오스 스펀지를 스카우팅 웨브(scouring web)에 라미네이션하였다. 여분의 용액을 셀룰로오스 스펀지로부터 짜내고 셀룰로오스 스펀지를 패키지 내에 넣었다. 이어서 셀룰로오스 스펀지를 물 린스 프로토콜에 치하여 사용된 셀룰로오스 스펀지를 시뮬레이션하였고, 이때 린스/짜내기 사이클의 회수를 표시하였다.

표 1

바이구아나이드 용액	투입 용액 제형(wt. %)					
	1	2	3	4	5	6
바이구아나이드	0.0%	0.05%	0.10%	0.20%	0.20%	0.50%
MgCl ₂	10%	0%	0%	0%	10%	0%
물	90%	99.95%	99.9%	99.8%	89.8%	99.5%

[0074]

[0075] 셀룰로오스 스펀지를 세균 사멸 분석 및 진균류 챌린지 시험에 따라 시험하였다. 결과를 표 2 내지 표 4에 제시한다.

표 2

세균 분석(AATCC 100)

샘플	제형	바이구아나이드의 wt.% (건조 스펤지 기준)		사용된 세균수(cfu)	사용된 세균수(cfu)
		폐기지	사용됨**		
에스케리카아 콜라이					
비처리 스펤지	1	0	0	8.28E+07	1.63E+08
처리 스펤지	6	3	0.7	<1	<1
처리 스펤지	4	2	0.6	<1	<1
처리 스펤지	3	1.6	0.4	2.00E+02*	<1
처리 스펤지	2	1	0.05	5.90E+03*	<1
세와넬라 푸트래파시엔스					
비처리 스펤지	1	0	0	4.44E+05	1.01E+06
처리 스펤지	6	3	0.7	<1	<1
스타필로코커스 아우레우스					
비처리 스펤지	1	0	0	4.44E+05	1.01E+06
처리 스펤지	6	3	0.7	<1	<1
슈도모나스 아에루기노사					
비처리 스펤지	1	0	0	1.87E+06	2.80E+06
처리 스펤지	6	3	0.7	<1	<1

* 아마도 항균제 활성으로 인해 첫 번째 회식물에 대해서는 어떠한 성장도 플레이트에 있지 않음.

** 사용됨 = 100 사이클의 린스/짜내기

[0076]

표 3

셀룰로오스 스펤지에 대한 진균류 켈린지 (ASTM G21-96)

제형 6	린스 사이클	바이구아나이드의 wt.% (건조 스펤지 기준)	7 일	14 일	21 일	28 일
비처리 스펤지	50x	0	1,1,1	3,3,3	4,4,4	4,4,4
처리 스펤지	0x	3	0,0,0	0,0,0	0,0,0	0,0,0
처리 스펤지	50x	0.7	0,0,0	0,0,0	0,0,0	0,0,0
처리 스펤지	100x	0.7	0,0,0	0,0,0	0,0,0	0,0,0

[0077]

표 4

스카우팅 웨브를 포함하는 셀룰로오스 스펤지에 대한 진균류 켈린지 (ASTM G21-96)

제형 5	린스 사이클	바이구아나이드의 wt.% (건조 스펤지 기준)	7 일	14 일	21 일	28 일
비처리 - 스펤지 면	50x	0	4,4	4,4	4,4	4,4
처리 스펤지 - 스펤지 면	0x	0.8	0	0	0	0
처리 스펤지 - 스펤지 면	10x	0.3	0	0	0	0
처리 스펤지 - 스펤지 면	50x	0.2	0	0	0	0
처리 스펤지 - 스펤지 면	100x	0.2	0	0	0	0

[0078]

실시예 2

준비된 셀룰로오스 스펤지를 하기 표 5에 제공된 제형들 중 하나를 함유하는 용액 내에 20분간 침지시킴으로써 항균성 셀룰로오스 스펤지를 준비하였다. 또한 준비된 셀룰로오스 스펤지를 투입 바이구아나이드 용액에 20분간 침지시키고 이어서 $MgCl_2$ 용액에 5분 미만 동안 침지시킴으로써 항균성 셀룰로오스 스펤지를 준비하였다. 침지 후, 셀룰로오스 스펤지를 압착 롤(squeeze roll)을 사이에서 짜낸 후, 즉시 패키징을 위해 플라스틱 백 내에 넣었다.

린스 프로토콜은 셀룰로오스 스펤지를 다량의 탈이온수로 흡뻑 적시고 그 후에 흡뻑 적셔진 셀룰로오스 스펤지를 짜내는 것으로 이루어져 있고, 이때 린스/짜내기 사이클은 샘플당 10회만큼 많이 반복하였다. 이어서 샘플

을 플라스틱 백 내에 놓아두었다.

표 5

습윤제 혼용 바이구아나이드 용액	
성분	제형
바이구아나이드	0.05% ~ 2%
MgCl ₂	1% ~ 14%
NaCl	1% ~ 16%
물	100% 가 되도록 첨가

[0082]

[0083] 표 6에 제시된 데이터는 습윤제 농도가 린스 후 셀룰로오스 스펜지 내 바이구아나이드의 보유에 크게 영향을 미치지 않는 것 같음을 나타낸다. 보유는 패키징된 셀룰로오스 스펜지(린스하지 않음) 내 바이구아나이드와 10 사이클의 린스 및 짜내기 사이클 후의 셀룰로오스 스펜지 내 바이구아나이드 사이의 비교를 포함한다.

표 6

셀룰로오스 스펜지 내 바이구아나이드의 보유			
실험 조건	바이구아나이드의 wt.% (검조 스펜지 기준)	바이구아나이드 보유율 (%)	
	린스 전 (패키징됨)	린스 후 (10 회 린스)	
<u>1 단계 첨가</u>			
0% MgCl ₂ , 0.2% 바이구아나이드	2.24	1.10	49
1% MgCl ₂ , 0.2% 바이구아나이드	0.62	0.41	66
1% MgCl ₂ , 0.5% 바이구아나이드	1.30	0.70	54
5% MgCl ₂ , 0.2% 바이구아나이드	0.64	0.39	60
5% MgCl ₂ , 0.5% 바이구아나이드	1.54	0.65	42
3% MgCl ₂ , 0.35% 바이구아나이드	0.99	0.61	62
8% MgCl ₂ , 0.5% 바이구아나이드	1.15	0.75	55
10% MgCl ₂ , 0.5% 바이구아나이드	1.36	0.61	46
12% MgCl ₂ , 0.5% 바이구아나이드	0.79	0.40	49
12% MgCl ₂ , 1.0% 바이구아나이드	0.89	0.42	
14% MgCl ₂ , 1.0% 바이구아나이드	1.18	0.53	45
1% NaCl, 0.3% 바이구아나이드	0.27	0.13	50
12% NaCl, 0.3% 바이구아나이드	0.50	0.24	48
16% NaCl, 0.6% 바이구아나이드	1.46	0.81	55
10% MgCl ₂ , 0.43% 바이구아나이드	0.27	0.16	59
<u>2 단계 첨가 (바이구아나이드에 이어 MgCl₂)</u>			
10% MgCl ₂ , 0.8% 바이구아나이드	0.50	0.20	40
10% MgCl ₂ , 1.1% 바이구아나이드	1.06	0.59	55
10% MgCl ₂ , 0.43% 바이구아나이드	0.91	0.43	47

[0084]

[0085] 실시예 3

[0086] 구매 가능한 염화마그네슘 6수화물(MgCl₂.6H₂O)(이엠디 케미칼 컴퍼니(EMD Chemical Company), 미국 뉴저지주 킵스타운 소재), 염화나트륨(NaCl)(피셔 사이언티픽 컴퍼니(Fisher Scientific Company), 미국 뉴저지주 폐어 론 소재), 염화칼륨(KCl)(이엠디 케미칼 컴퍼니, 미국 뉴저지주 킵스타운 소재), 및 글리세롤 (이엠디 케미칼 컴퍼니, 미국 뉴저지주 킵스타운 소재)을 혼합하여 요구되는 농도를 수득하였다. 이 용액을 테카곤 디바이시즈 인

크.의 아쿠아랩 CX-2를 사용해 수분 활성도에 대해 측정하였다. 이들 용액에 대한 수분 활성도를 표 7에 제시한다.

표 7

용액 농도	MgCl ₂	NaCl	KCl	글리세롤	K ₂ CO ₃
0%	0.992	0.992	0.992	0.992	0.992
8%	0.944	0.949	0.952	0.975	0.973
10%	0.926	0.936	0.950	0.971	0.960
12%	0.904	0.919	0.938	0.966	0.957
14%	0.876	-	0.928	0.962	-
16%	0.847	0.887	0.915	0.955	0.943
18%	0.841	-	0.904	0.950	-
20%	0.768	0.842	0.891	0.944	0.925
22%	-	-	0.875	0.939	-
24%	-	-	0.859	0.934	-
50%	-	-	-	0.811	-

[0087]

실시예 4

[0089]

준비된 셀룰로오스 스펀지를 실시예 3으로부터의 MgCl₂ 또는 NaCl 습윤제 용액 중 하나에 20분간 침지시켰다. 침지 후, 셀룰로오스 스펀지를 압착 롤 사이에서 짜낸 후 즉시 기밀 플라스틱 백 내에 넣었다. 24시간 이내에 수분 활성도에 대해 샘플을 시험하였다.

[0090]

염화마그네슘 및 염화나트륨은 셀룰로오스 스펀지의 수분 활성도 수준을 감소시킨다. 표 8에 제시된 데이터는 셀룰로오스 스펀지의 수분 활성도가 충분한 농도의 물 중 MgCl₂ 및 NaCl을 이용해 0.91 미만으로 감소될 수 있음을 나타낸다.

표 8

셀룰로오스 스펀지 내 다양한 습윤제의 수분 활성도		
농도 (wt. %의 투입 용액)	MgCl ₂	NaCl
0%	0.992	0.992
10%	0.913	0.926
12%	0.896	0.921
14%	0.890	0.900
16%	-	0.881

[0091]