



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년03월26일

(11) 등록번호 10-2232767

(24) 등록일자 2021년03월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

D01F 4/00 (2006.01) D01D 10/06 (2006.01)

D01D 5/06 (2006.01) D01F 1/10 (2006.01)

(52) CPC특허분류

D01F 4/00 (2013.01)

D01D 10/06 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2020-0004913

(22) 출원일자 2020년01월14일

심사청구일자 2020년01월14일

(56) 선행기술조사문헌

CN108977912 A*

JP2005314865 A*

KR1020180028229 A*

KR100750780 B1

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

주식회사 제네웰

경기도 성남시 중원구 사기막골로62번길 37, 스타타워 6층 (상대원동)

경희대학교 산학협력단

경기도 용인시 기흥구 덕영대로 1732 (서천동, 경희대학교 국제캠퍼스내)

(72) 발명자

김홍두

경기도 용인시 기흥구 사은로 126번길 46, 312동 1601호

레자 모하마드 샤밈

경기도 수원시 영통구 청명남로 12번길, 5-18, B102호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인뉴코리아

전체 청구항 수 : 총 13 항

심사관 : 박영민

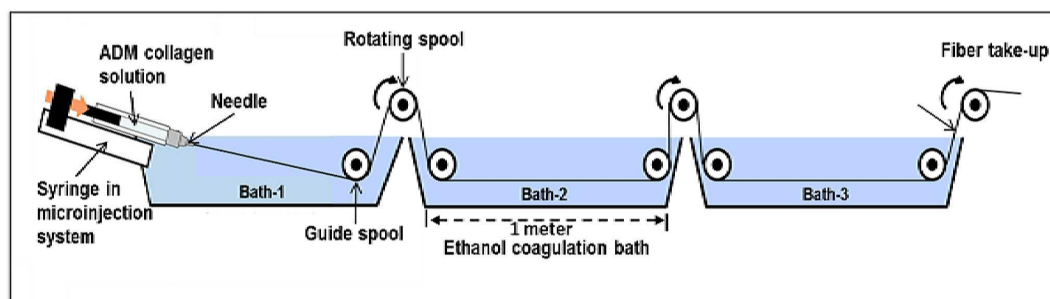
(54) 발명의 명칭 ADM 콜라겐 섬유 제조방법, 이로부터 제조된 ADM 콜라겐 섬유 및 이의 제조장치

(57) 요약

본 발명은 ADM 콜라겐 섬유의 제조방법, 이로부터 제조된 ADM 콜라겐 섬유 및 이의 제조장치에 관한 것으로, 보다 상세하게는 산성 ADM 콜라겐 용액을 염기성 용액 내로 압출하여 필라멘트를 형성하는 단계를 포함하는 ADM 콜라겐 섬유의 제조방법 등에 관한 것이다.

본 발명에 따르면, ADM 콜라겐 겹질을 바로 분쇄하여 필요한 농도의 콜라겐 용액 원료를 만들 수 있으므로 제조에 드는 비용 및 시간이 적어 경제성 및 생산성이 뛰어나고, 간단한 구조의 연속 공정 장치로 대량 생산이 가능하며, 또한 사용 가능한 콜라겐 용액 원료의 농도 범위가 넓어 효용성이 높으면서도 다양한 두께나 성질의 콜라겐 섬유를 제조할 수 있는 ADM 콜라겐 섬유의 제조방법, 이로부터 제조된 ADM 콜라겐 섬유 및 이의 제조장치를 제공하는 효과가 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류

D01D 5/06 (2013.01)

D01F 1/10 (2013.01)

D10B 2211/06 (2013.01)

(72) 발명자

이혜리

대전광역시 서구 유등로505번길 26, B동 401호(용문동, 성림그린빌라)

조미란

경기도 용인시 기흥구 기흥역로58번길 78, 103동 503호(구갈동, 기흥역 더샵)

김준호

경기도 광주시 초월읍 경충대로 1065, 102동 1102호(초월롯데캐슬아파트)

명세서

청구범위

청구항 1

산성의 이중 무세포 진피(Acellular Dermal Matrix, ADM) 유래 콜라겐 용액을 염기성 용액 내로 압출하여 필라멘트를 형성하는 중화 및 응집단계;

상기 중화 및 응집단계에서 형성된 필라멘트를 유기용매로 처리하여 탈수하는 섬유화단계;

상기 섬유화단계에서 탈수한 필라멘트를 진공 또는 대기압 하에 건조하는 응고단계; 및

상기 응고단계에서 건조한 필라멘트를 감는 권취단계를 포함하는 것을 특징으로 하는

ADM 콜라겐 섬유의 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 산성의 이중 무세포 진피(ADM) 유래 콜라겐 용액은 이중 무세포 진피(ADM) 유래 콜라겐 1 내지 15 중량%, 유기산 0.1 내지 20 중량% 및 잔량의 물을 포함하는 것을 특징으로 하는

ADM 콜라겐 섬유의 제조방법.

청구항 6

제 5항에 있어서,

상기 유기산은 초산인 것을 특징으로 하는

ADM 콜라겐 섬유의 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 염기성 용액은 pH가 9 내지 12인 것을 특징으로 하는

ADM 콜라겐 섬유의 제조방법.

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 염기성 용액은 염기 및 유기용매를 포함하는 것을 특징으로 하는

ADM 콜라겐 섬유의 제조방법.

청구항 9

제 8항에 있어서,
상기 염기는 암모니아수인 것을 특징으로 하는
ADM 콜라겐 섬유의 제조방법.

청구항 10

제 1항 또는 제 8항에 있어서,
상기 유기용매는 에탄올, 메탄올, 이소프로판올, 부탄올 및 에틸 아세테이트로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는
ADM 콜라겐 섬유의 제조방법.

청구항 11

제 1항에 있어서,
상기 압출은 노즐 한 개 당 노즐 직경 0.1 내지 2.5 mm 및 토출량 9 내지 13 ml/h 조건 하에서 실시하는 것을
특징으로 하는
ADM 콜라겐 섬유의 제조방법.

청구항 12

제 1항에 있어서,
상기 압출은 다중 노즐(multi-nozzle)이 적용된 것을 특징으로 하는
ADM 콜라겐 섬유의 제조방법.

청구항 13

청구항 제1항의 제조방법에 따라 수득되고, 이중 무세포 진피(ADM) 유래 콜라겐 섬유의 단면상 단층 구조 또는 외부면과 내부면이 서로 다른 이중 층 구조를 포함하고, 가교 또는 비-가교 섬유이고, 파단강도가 100 cN 이상인 것을 특징으로 하는
ADM 콜라겐 섬유.

청구항 14

제 13항에 있어서,
상기 내부면은 원형인 것을 특징으로 하는
ADM 콜라겐 섬유.

청구항 15

청구항 제1항의 제조방법에 이용되는 장치로서,
산성의 이중 무세포 진피(ADM) 유래 콜라겐 용액이 응고조에 압출되게 설치되고 직경이 0.1 내지 2.5 mm이고 토출량 9 내지 13 ml/h인 노즐을 포함하는 압출기; 필라멘트가 형성되고 형성된 필라멘트를 인장하면서 외부로 안내하는 가이드 스풀을 포함하는 응고조; 상기 외부로 안내된 필라멘트를 탈수조로 안내하는 제1 로테이팅 스풀; 응고된 필라멘트를 내부의 수분이 유기용매로 치환된 필라멘트를 인장하면서 외부로 안내하는 가이드 스풀을 포함하는 탈수조; 상기 외부로 안내된 필라멘트를 권취기로 안내하는 테이크업 롤러; 및 권취기를 포함하는 것을
특징으로 하는
ADM 콜라겐 섬유의 제조장치.

청구항 16

제 15항에 있어서,

상기 권취기는 건조된 필라멘트가 감기는 부분이 PET 또는 테프론 처리된 것을 특징으로 하는
ADM 콜라겐 섬유 제조장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 ADM 콜라겐 섬유의 제조방법, 이로부터 제조된 ADM 콜라겐 섬유 및 이의 제조장치에 관한 것으로, 보다 상세하게는 ADM 콜라겐 겹질을 바로 분쇄하여 필요한 농도의 콜라겐 용액 원료를 만들 수 있으므로 제조에 비용이 적고 시간이 짧아 경제성 및 생산성이 뛰어나며, 간단한 구조의 연속 공정 장치로 대량 생산이 가능하고, 또한 사용 가능한 콜라겐 용액 원료의 농도 범위가 매우 넓어 효용성이 높으면서도 다양한 두께나 성질의 콜라겐 섬유를 제조할 수 있는, ADM 콜라겐 섬유의 제조방법, 이로부터 제조된 ADM 콜라겐 섬유 및 이의 제조장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 콜라겐은 섬유상 고체로 다세포 동물에 널리 분포하고 천연 개의 아미노산이 모여 가늘고 긴 띠의 형상을 갖는 구조 단백질이다. 시판 중인 콜라겐은 대부분 물고기, 돼지 또는 소 등의 동물 조직에서 추출한 이중 콜라겐으로, 용도에 따라서 필요한 경우 효소를 사용하여 텔로펩타이드를 제거한 아텔로 콜라겐(Atelo collagen)을 사용하기도 한다.

[0004] 콜라겐은 생분해성 및 생체적합성 소재로 창상피복재, 조직수복재, 피부이식재, 뼈이식재, 세포배양 등 의료용 재료로 널리 이용된다.

[0005] 또한 피부에서 콜라겐이 부족하거나 노화되면 피하근육의 위축으로 탄력과 윤기가 없어지고 기미, 주름, 검버섯 등이 생기며, 뼈에서 콜라겐이 부족하면 뼈가 약해지고 골다공증, 관절염, 관절통, 부종 등의 발생 위험이 높아지며, 혈관에서 콜라겐이 부족하게 되면 동맥경화, 괴혈병 등의 원인이 되는 것으로 보고되고 있다. 이러한 연유로 콜라겐은 건강보조식품, 치료제 및 화장품 등에서도 다양한 용도로 활용되고 있다.

[0006] 콜라겐을 다양한 용도로 사용하기 위해서는 천연 상태에서 추출된 콜라겐을 해당 용도에 부합되도록 가공하여 물성을 조절해야 한다. 종래에는 무세포진피를 동결건조한 후 제품으로 가공하였는데, 이는 많은 비용이 들고 생산성이 낮은 문제점이 있으며, 특히 동결건조 처리된 무세포진피를 후공정을 통하여 파우더로 제조하려고 할 때 분쇄되기 어려운 성질 등으로 인하여 용도가 많은 섬유로 만들기에는 큰 어려움이 있었다.

[0007] 따라서, 경제적이면서도 생산성이 높고, 사용 가능한 콜라겐 원료의 폭이 넓어 효용성이 뛰어나면서도 다양한 두께나 성질의 콜라겐 섬유를 제조할 수 있는 ADM 콜라겐 섬유의 제조방법 등에 대한 개발이 시급한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0009] (특허문헌 0001) 한국 공개특허 제2009-0131432호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 상기와 같은 종래기술의 문제점을 해결하고자, 본 발명은 ADM 콜라겐 겹질을 바로 분쇄하여 필요한 농도의 콜라겐 용액 원료를 만들 수 있으므로 소요 비용 및 시간이 적어 경제성 및 생산성이 뛰어나고, 간단한 구조의 연속 공정 장치로 대량 생산이 가능하며, 또한 사용 가능한 콜라겐 용액 원료의 농도 범위가 넓어 효용성이 높으면서도 다양한 두께나 성질의 콜라겐 섬유를 제조할 수 있는 ADM 콜라겐 섬유의 제조방법, 이로부터 제조된 ADM 콜라겐 섬유 및 이의 제조장치를 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0011] 본 발명의 상기 목적 및 기타 목적들은 하기 설명된 본 발명에 의하여 모두 달성될 수 있다.

과제의 해결 수단

- [0013] 상기의 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 산성 ADM 콜라겐 용액을 염기성 용액 내로 압출하여 필라멘트를 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 ADM 콜라겐 섬유 제조방법을 제공한다.
- [0014] 또한, 본 발명은 상기 제조방법으로 제조됨을 특징으로 하는 ADM 콜라겐 섬유를 제공한다.
- [0015] 또한, 본 발명은 단면상 단층 구조 또는 외부면과 내부면이 서로 다른 이중 층 구조를 포함하는 것을 특징으로 하는 ADM 콜라겐 섬유를 제공한다. 상기 이중 층 구조의 내부면은 바람직한 예로 원형일 수 있다.
- [0016] 또한, 본 발명은 산성 ADM 콜라겐 용액이 응고조에 압출되게 설치되고 직경이 0.1 내지 2.5 mm인 노즐을 포함하는 압출기; 필라멘트가 형성되고 형성된 필라멘트를 인장하면서 외부로 안내하는 가이드 스펀을 포함하는 응고조; 상기 외부로 안내된 필라멘트를 탈수조로 안내하는 제1 로테이팅 스펀; 응고된 필라멘트를 내부의 수분이 유기용매로 치환된 필라멘트를 인장하면서 외부로 안내하는 가이드 스펀을 포함하는 탈수조; 상기 외부로 안내된 필라멘트를 권취기로 안내하는 제2 로테이팅 스펀; 및 권취기를 포함하는 것을 특징으로 하는 ADM 콜라겐 섬유의 제조장치를 제공한다.

발명의 효과

- [0018] 본 발명에 따르면 ADM 콜라겐 겹질을 바로 분쇄하여 필요한 농도의 콜라겐 용액 원료를 만들 수 있으므로 제조에 드는 비용 및 시간이 적어 경제성 및 생산성이 뛰어나고, 간단한 구조의 연속 공정 장치로 대량 생산이 가능하며, 또한 사용 가능한 콜라겐 용액 원료의 농도 범위가 넓어 효용성이 높으면서도 다양한 두께나 성질의 콜라겐 섬유를 제조할 수 있는 ADM 콜라겐 섬유의 제조방법, 이로부터 제조된 ADM 콜라겐 섬유 및 이의 제조장치를 제공하는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0020] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 ADM 콜라겐 섬유의 제조장치를 간략히 도시한 장치도이다.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 ADM 콜라겐 섬유의 제조장치 전체와 주요부를 각각 촬영한 사진이다. 여기에서 화살 표시는 해당 주요부를 확대한 사진을 가리킨다.
- 도 3은 실시예 1 및 2에서 압출 시 각각 내경 21G 및 22G의 니들을 사용하여 제조한 ADM 콜라겐 섬유의 외관(50x), 표면(800x) 및 단면(1,000x)을 SEM으로 촬영한 이미지이다.
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 ADM 콜라겐 섬유에 대하여 압출 시 니들의 크기 및 인장 정도에 따른 힘-인장률%를 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0021] 이하 본 기재의 ADM 콜라겐 섬유의 제조방법, 이로부터 제조된 ADM 콜라겐 섬유 및 이의 제조장치를 상세하게 설명한다.
- [0023] 본 발명자들은 동결 건조된 콜라겐을 용해시켜 섬유로 제조하는 종래의 습식방사 방법의 경우 제조하는데 시간이 너무 오래 걸리고 사용 가능한 콜라겐 용액의 농도 범위가 극히 제한적이어서 이를 개선하고자 부단히 연구한 결과, 산성 ADM 콜라겐 용액을 염기성 용액 내로 압출하여 필라멘트를 형성하는 단계를 포함하고, 나아가 에탄올 등과 같은 유기용매를 사용하여 탈수 및 건조하는 단계를 포함하는 경우, 건조되지 않은 ADM 콜라겐으로도 쉽게 섬유의 제조가 가능하고, 특히 종래의 습식방사 방법보다 원료 농도의 범위가 크게 확대되어 제조 공정이 단순화됨을 확인하고, 이를 토대로 본 발명을 완성하게 되었다.
- [0024] 본 기재에서 ADM 콜라겐이란 무세포 진피 기질(Acellular Dermal Matrix) 콜라겐을 지칭하고, 본 발명이 속한 기술분야에서 ADM 콜라겐으로 인식되거나 시판 또는 통용되는 것이면 특별히 제한되지 않으며, 일례로 면역 거부 반응을 없애기 위해 동물의 피부 조직으로부터 표피를 제거한 후 진피 내 세포들을 제거하고 얻은 콜라겐일 수 있다.
- [0025] 본 기재에서 압출부터 권취까지 과정 중 형성되는 실 형태의 콜라겐을 필라멘트라 지칭하고 권취된 이후에는 콜라겐 섬유로 지칭하였으나, 이는 콜라겐 섬유의 제조 공정을 이해하기 쉽게 설명하기 위해 구별한 것일 뿐 서로 배제하지 않으며, 본 발명이 속한 기술분야에서 일반적으로 인정되는 필라멘트 및 섬유인 경우에 특별히 제한되

지 않는다.

- [0027] 본 발명의 ADM 콜라겐 섬유의 제조방법은 산성 ADM 콜라겐 용액을 염기성 용액 내로 압출하여 필라멘트를 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는데, 이러한 경우 산성상태에서 녹아 있던 ADM 콜라겐이 염기성 용액을 만나 곧바로 응고(Coagulation)되어 유기용매에 풀어지지 않고 우수한 강도를 가지는 ADM 콜라겐 필라멘트가 제조된다. 또한 ADM 콜라겐 겹질을 바로 분쇄하여 필요한 농도의 콜라겐 용액 원료를 만들 수 있으므로 제조 비용 및 시간이 짧아 경제성 및 생산성이 뛰어나고, 간단한 구조의 연속 공정 장치로 대량 생산이 가능하며, 또한 사용 가능한 콜라겐 용액 원료의 농도 범위가 크게 확장되어 효용성이 높으면서도 다양한 두께나 성질의 콜라겐 섬유를 제조할 수 있는 효과가 있다.
- [0028] 바람직하게는 상기에 형성된 필라멘트를 유기용매로 처리하여 탈수하는 단계를 포함할 수 있고, 이 경우 콜라겐 섬유의 제조가 크게 단순화되고 경제적이며 강도 등과 같은 기계적 물성이 우수한 효과가 있다.
- [0029] 더 바람직하게는 상기에 탈수한 필라멘트를 진공 또는 대기압 하에서 건조하는 단계를 포함할 수 있고, 이 경우 쉽고 경제적이면서도 시간에 따라 변형이 없는 이점이 있다.
- [0030] 보다 바람직하게는 상기에 건조한 필라멘트를 감는 단계를 포함할 수 있고, 이 경우 콜라겐 섬유의 보관, 운반 및 이용이 용이한 이점이 있다.
- [0032] 상기 산성 ADM 콜라겐 용액은 바람직하게는 ADM 콜라겐 1 내지 15 중량%, 유기산 0.1 내지 20 중량% 및 잔량의 물을 포함할 수 있고, 보다 바람직하게는 ADM 콜라겐 1 내지 10 중량%, 유기산 1 내지 15 중량% 및 잔량의 물을 포함할 수 있으며, 더욱 바람직하게는 ADM 콜라겐 3 내지 8 중량%, 유기산 6 내지 11 중량% 및 잔량의 물을 포함할 수 있고, 보다 더욱 바람직하게는 ADM 콜라겐 4 내지 7 중량%, 유기산 7 내지 10 중량% 및 잔량의 물을 포함할 수 있으며, 이 범위 내에서 경제성과 생산성이 뛰어나고, 간단한 구조의 연속 공정 장치로 대량 생산이 가능하며, 콜라겐 섬유의 물성이 우수한 효과가 있다.
- [0033] 상기 유기산은 바람직하게는 초산이고, 이 경우 ADM 콜라겐 용액의 제조가 용이하고, 저장 안정성이 우수하며, 콜라겐 섬유의 제조가 용이한 이점이 있다.
- [0034] 상기 염기성 용액은 바람직하게는 pH가 9 내지 12이고, 보다 바람직하게는 9 내지 11이며, 더욱 바람직하게는 10 내지 11이고, 이 범위 내에서 콜라겐 섬유의 제조가 용이하고, 제조된 콜라겐 섬유의 강도 등과 같은 기계적 물성이 우수한 효과가 있다.
- [0035] 상기 염기성 용액은 일례로 염기 및 유기용매를 포함할 수 있다.
- [0036] 상기 염기는 유기용매에 용해 시 염기성을 띠는 물질로 일례로 황산나트륨, 황산알루미늄, 염화나트륨, 황산암모늄, 붕산나트륨, 초산나트륨, 수산화칼슘, 수산화나트륨 및 암모니아수로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상이고, 바람직하게는 암모니아수이며, 이 경우 ADM 콜라겐이 빠르게 응고되며 제조되는 콜라겐 섬유에 무기염이 남지 않아 우수한 물성을 부여하는 이점을 가진다.
- [0037] 본 기재에서 유기용매는 달리 특정하지 않는 한, 바람직하게는 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, 부탄올 및 에틸아세테이트로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상이고, 보다 바람직하게는 메탄올, 에탄올 또는 이들의 혼합이며, 더욱 바람직하게는 에탄올이고, 이 경우 ADM 콜라겐의 섬유화를 보다 빠르게 유도하며, 이후 수분을 포함하는 필라멘트의 탈수 및 건조가 용이하고, 또한 제조된 콜라겐 섬유에 필라멘트가 서로 붙는 현상이 없으며, 나아가 제조된 섬유의 물성이 우수한 효과가 있다.
- [0039] 상기 압출은 바람직하게는 노즐 한 개 당 노즐 직경 0.1 내지 2.5 mm 및 토출량 1 내지 30 ml/h 조건 하에서 실시할 수 있고, 보다 바람직하게는 노즐 직경 0.3 내지 1.0 mm 및 토출량 3 내지 20 ml/h 조건 하에서 실시할 수 있으며, 더욱 바람직하게는 노즐 직경 0.4 내지 0.8 mm 및 토출량 5 내지 18 ml/h 조건 하에서 실시할 수 있고, 이 범위 내에서 작업 중 노즐의 막힘이 발생하지 않으며, 생산성이 우수하고, 콜라겐 섬유의 강도 등이 뛰어난 이점이 있다. 구체적인 예로, 상기 압출은 노즐 직경 0.1 내지 2.5 mm 및 토출량 9 내지 13 ml/h 조건 하에서 실시할 수 있다.
- [0040] 상기 노즐은 일례로 1개 이상일 수 있고, 바람직하게는 2개 이상, 보다 바람직하게는 3개 이상일 수 있는데, 이와 같이 여러 개의 노즐이 포함된 다중 노즐(multi-nozzle)을 적용하는 경우 생산성을 크게 향상시킬 수 있다.
- [0042] 상기 감는 단계는 바람직하게 권취기에 의하여 실시될 수 있고, 바람직하게는 속도 조절이 가능한 테이크업 롤러(Take-up roller)를 구비한 권취기에 의하여 실시될 수 있는데, 이 경우 연신 효과에 의해 제조되는 ADM 콜라

겐 섬유는 기계적 물성이 우수한 효과가 있다.

- [0043] 상기 감는 단계는 바람직하게 권취 속도가 0.1 내지 10 m/min일 수 있고, 이 범위 내에서 연신 효과에 의해 제조되는 ADM 콜라겐 섬유의 기계적 물성이 우수한 효과가 있다.
- [0044] 구체적인 예로, 상기 감는 단계는 0.1 내지 5 m/min일 수 있고, 이러한 범위 내에서 직경이 500 μ m 이상의 기계적 물성이 우수한 ADM 콜라겐 섬유가 제조될 수 있다.
- [0045] 또 다른 구체적인 예로, 상기 감는 단계는 5 내지 10m/min일 수 있고, 이러한 범위 내에서 직경이 500 μ m 미만의 기계적 물성이 우수한 ADM 콜라겐 섬유가 제조될 수 있다.
- [0047] 본 발명의 ADM 콜라겐 섬유는 상기 제조방법으로 제조됨을 특징으로 하고, 이러한 경우 섬유의 모양이 일정하고, 물성이 뛰어나 제품에 대한 신뢰성이 우수한 효과가 있다.
- [0048] 본 발명의 ADM 콜라겐 섬유는 바람직하게 단면상 단층 구조 또는 외부면과 내부면이 서로 다른 이중 층 구조를 포함하고, 상기 내부면은 바람직한 예로 원형인 것을 특징으로 하며, 이러한 경우 인장강도 등과 같은 기계적 물성이 뛰어나 제품에 대한 신뢰성이 높은 이점이 있다. 이때 상기 내부면은 코어와 같이 섬유 중심에 위치하고, 상기 외부면은 코어를 감싸는 셸과 같이 내부면을 감싸고 외부와 접촉한다.
- [0049] 본 기재에서 원형은 본 발명이 속한 기술분야에서 통상적으로 인정되는 원형인 경우 특별히 제한되지 않고, 일례로 원형의 범주에 포함 가능한 달걀형, 타원형, 반원형 등을 포함할 수 있다.
- [0050] 상기 외부면의 면적은 바람직하게는 내부면의 면적보다 작다.
- [0052] 상기 섬유는 일례로 가교제를 포함하지 않은 비-가교 섬유일 수 있고, 이러한 경우 섬유가 물에서 풀어지지 않고 형태를 유지하면서도 독성이 없는 이점이 있다.
- [0053] 또 다른 예로, 상기 섬유는 가교제를 포함하는 가교 섬유일 수 있고, 이러한 경우에는 가교제의 종류 및 농도에 따라 분해능을 쉽게 조절할 수 있는 이점이 있으며, 또한 강도가 우수한 효과가 있다.
- [0054] 상기 가교제는 바람직하게 디에폭시계 화합물, 디(메트)아크릴레이트계 화합물, 디알릴계 화합물, 디이소시아네이트계 화합물, 이미드계 화합물, 아실아자이드 화합물 및 디비닐계 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상일 수 있고, 보다 바람직하게는 1,4-부탄디올 디글리시딜에테르(1,4-butanediol diglycidyl ether; BDDE), 폴리(알킬렌 글리콜) 디글리시딜 에테르(PEGDGE) 또는 이들의 혼합일 수 있으며, 이 경우 본 발명에 따른 ADM 콜라겐 섬유 본연의 특성을 저하시키지 않으면서 가교 효과가 잘 발현되는 이점이 있다.
- [0056] 상기 섬유는 일례로 직경이 10 내지 1,000 μ m이고, 바람직하게는 20 내지 500 μ m이며, 보다 바람직하게는 30 내지 200 μ m이고, 더욱 바람직하게는 40 내지 150 μ m이며, 이러한 경우 여러 제품에 다양하게 적용 가능한 이점이 있다.
- [0057] 상기 섬유는 일례로 파단강도가 100 cN 이상, 바람직하게는 100 내지 200 cN, 보다 바람직하게는 110 내지 150 cN이고, 이 범위 내에서 취급이 용이하고 섬유의 물성 밸런스가 뛰어난 효과가 있다.
- [0059] 본 발명의 ADM 콜라겐 섬유의 제조장치는 산성 ADM 콜라겐 용액이 응고조에 압출되게 설치되고 직경이 0.1 내지 2.5 mm인 노즐을 포함하는 압출기; 필라멘트가 형성되고 형성된 필라멘트를 인장하면서 외부로 안내하는 가이드 스풀을 포함하는 응고조; 상기 외부로 안내된 필라멘트를 탈수조로 안내하는 제1 로테이팅 스풀; 응고된 필라멘트를 내부의 수분이 유기용매로 치환된 필라멘트를 인장하면서 외부로 안내하는 가이드 스풀을 포함하는 탈수조; 상기 외부로 안내된 필라멘트를 권취기로 안내하는 제2 로테이팅 스풀; 및 권취기를 포함하는 것을 특징으로 한다. 이러한 경우에 ADM 콜라겐 껍질을 바로 분쇄하여 필요한 농도의 산성 ADM 콜라겐 용액 원료를 만들어 입출기로 염기성 용액이 들어있는 응고조에 압출함과 동시에 ADM 콜라겐 필라멘트가 형성되므로 제조에 드는 비용 및 시간이 단축되어 경제성 및 생산성이 뛰어나고, 간단한 구조의 연속 공정 장치로 대량 생산이 가능하며, 또한 사용 가능한 콜라겐 용액 원료의 농도 범위가 넓어 효용성이 높으면서도 다양한 두께나 성질의 콜라겐 섬유를 제조할 수 있는 이점이 있다.
- [0060] 상기 압출기는 일례로 1개 이상의 노즐을 포함할 수 있고, 바람직하게는 2개 이상의 노즐, 보다 바람직하게는 3개 이상의 노즐을 포함할 수 있는데, 이와 같이 여러 개의 노즐을 포함하는 다중 노즐(multi-nozzle) 시스템의 경우 생산성을 크게 향상되는 이점이 있다.
- [0061] 상기 응고조 및 탈수조의 총 길이, 즉 형성된 필라멘트가 통과하는 길이는 바람직하게 2 m 이상, 보다 바람직하

게는 3 m 이상, 더욱 바람직하게는 3m 내지 4m이며, 이 범위 내에서 필라멘트가 충분히 응고되어 테이크업(take-up) 중에 끊어지지 않고, 롤업(roll-up)한 후에도 콜라겐 섬유가 서로 붙지 않아 사용이 용이한 이점이 있다.

[0062] 상기 ADM 콜라겐 섬유의 제조장치는 바람직하게는 상기 응고조와 상기 탈수조 사이에 1 이상의 응고조를 더 포함할 수 있고, 이 경우 필라멘트의 응고 효율이 우수한 이점이 있다.

[0063] 상기 탈수조와 추가되는 응고조는 바람직하게 조(tank) 내부에 직전 로테이팅 스펴로부터 필라멘트를 취하는 제 1 가이드 스펴 및 제1 가이드 스펴로부터 필라멘트를 취하는 제2 가이드 스펴을 포함할 수 있고, 이 경우 필라멘트의 응고 효율이 뛰어난 이점이 있다.

[0064] 상기 탈수조와 권취기 사이의 거리, 즉 형성된 필라멘트가 공기 중에 통과하는 거리는 바람직하게는 0.5m 이상, 보다 바람직하게는 1m 이상, 더욱 바람직하게는 1m 내지 3m, 보다 더욱 바람직하게는 1m 내지 2m이고, 이 범위 내에서 필라멘트가 충분히 건조되어 테이크업(take-up) 중에 끊어지지 않고, 롤업(roll-up)한 후에도 콜라겐 섬유가 서로 붙지 않아 사용이 용이한 이점이 있다. 따라서, 응고조의 pH, 주사기를 이용한 콜라겐 용액 방출 속도, 테이크업(take-up) 속도의 조절이 중요할 수 있다.

[0065] 상기 권취기는 바람직하게는 건조된 필라멘트가 감기는 부분이 PET 또는 테프론 처리된 것일 있고, 보다 바람직하게는 검정색 테프론 시트로 처리된 것일 수 있으며, 이 경우 서로 붙지 않으며 콜라겐 섬유가 겹으로 또렷하게 드러나 외관의 확인이 쉬운 이점이 있다.

[0066] 본 기재에서 PET 또는 테프론 처리된 본 발명이 속한 기술분야에서 통상적으로 이해되는 PET 또는 테프론 처리인 경우 특별히 제한되지 않으나, 바람직하게는 해당 기재에 PET 수지나 테프론 수지를 코팅하거나, PET 필름 또는 테프론 시트를 해당 부분에 사용하는 것을 의미할 수 있다.

[0067] 상기 권취기는 습식방적 섬유 기술분야에서 일반적으로 사용되는 권취기인 경우 특별히 제한되지 않고, 바람직하게는 속도 조절이 가능한 테이크업 롤러(Take-up roller)를 구비한 권취기일 수 있고, 이 경우 건조 시간을 최적화하여 생산성을 높이는 이점이 있다.

[0069] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 첨부된 도면에 의거하여 상세히 제시하나, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐 본 발명의 범주 및 기술사상 범위 내에서 다양한 변경 및 수정이 가능함은 당업자에게 있어서 명백한 것이며, 이러한 변형 및 수정이 첨부된 특허청구범위에 속하는 것도 당연한 것이다.

[0071] [실시예]

[0072] 하기 실시예에서 ADM 콜라겐은 (주)제네웰에서 제공된 건조되지 않은 ADM 콜라겐을 사용하였고, 초산(99.5%), 에탄올(94.5%), 메탄올(99.5%) 및 암모니아수(28~30%)는 삼전화학사 제품을 사용하였다.

[0074] 실시예 1

[0075] <ADM 콜라겐 용액의 제조>

[0076] 건조되지 않은 ADM 콜라겐을 블랜더를 이용하여 분쇄하고 ADM 콜라겐-물 6 중량% 분쇄용액을 준비한 다음, 9M 초산 용액을 더 넣어 최종적으로 5.5 중량% 습식 방사용 ADM 콜라겐 용액을 준비하였다. 여기에서 초산 용액을 넣음에 따라 용액은 서서히 투명한 젤 형태의 높은 점도의 용액으로 만들어졌다.

[0077] <ADM 콜라겐 섬유의 제조>

[0078] 하기 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 ADM 콜라겐 섬유의 제조장치를 간략히 도시한 장치도이고, 하기 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 ADM 콜라겐 섬유의 제조장치 전체와 주요부를 각각 촬영한 사진이다.

[0079] 도 1을 참조하면, ADM 콜라겐 섬유의 제조장치는 앞서 준비된 습식 방사용 ADM 콜라겐 용액을 주사 바늘(needle)을 통해 방사하는 부분과 1차적으로 방사된 용액이 중화 반응과 함께 응고되는 1차 응고조, 2차적으로 더욱 더 젤 형태의 필라멘트가 응축되면서 장력에 의해 연신되고 응축되는 2차 응고조 및 필라멘트에 남아 있는 수분이 유기용매로 치환되는 탈수조로 되어 있다. 각각의 응고조와 탈수조의 길이는 1 m로 제작되었으며, 응고조 및 탈수조 바깥에 연신을 위한 3개의 로테이팅 스펴(Rotating spool)과 건조된 콜라겐 필라멘트를 취합하는 1개의 테이크업 롤러(Take-up roller)가 있어서 각각을 서로 다른 속도로 제어할 수 있도록 구성하여 연신 속도를 제어하도록 하였다. 각각의 응고조 및 탈수조 내에는 연신된 콜라겐 필라멘트를 가이드할 수 있는 가이드 스펴(Guiding spool)을 구성하여 콜라겐 필라멘트를 원하는 방향으로 유도하도록 하였다. 또한, 도 2를 참조하면,

탈수조로부터 2 m 정도의 간격을 두고 테이크업 롤러(Take-up roller)의 속도를 조절하여 ADM 콜라겐 필라멘트를 자연 건조한 후 감을 수 있도록 구성하였다.

[0080] 다시 도 1을 참조하면, 준비된 습식 방사용 ADM 콜라겐 용액(ADM collagen solution)을 플라스틱 주사기(Syringe)에 넣고 금속 주사 바늘(needle)을 통과시켜 ADM 콜라겐 필라멘트를 형성시켰다. 이때 필라멘트의 파손을 방지하기 위해 사출 각도(섬유가 바늘을 빠져나오는 각도)는 가능한 한 작게 유지하였다. 또한 필라멘트가 처음 바늘에서 나오는 즉시 핀셋을 사용하여 집어 올렸고 스펀에 감아서 미연신 섬유로 시작하여 테이크업 롤러에 연결한 후 속도를 조절하여 연신 효과를 갖도록 하였다. (참고로, 고정된 방출 속도, 즉 고정된 사출 속도에서 테이크업 롤러에 의해 필라멘트에 여분의 인장력이 주어지면 연신비가 증가하게 된다.) 너무 작은 직경의 바늘을 사용하면 빈번한 막힘이 발생하고 높은 사출 압력이 필요하므로 수직 단면 길이(내경) 21G를 사용하였다. 이때 주사기는 주사기 미세 주입 펌프 시스템(New Era Pump Systems, Inc. Farmingdale, NY, USA)을 사용하여 볼륨, 시간 및 속도를 제어할 수 있었으며, 1차 응고조를 향해 소정의 각도(0~90도)로 최소한 바늘 끝이 제1 응고조에 침지되도록 하였다. 이때 시간당 9.0 mL 속도로 ADM 콜라겐 용액을 방출하였고, 콜라겐 필라멘트를 1.4 m/min의 속도로 권취하였다.

[0082] 상기 1차 및 2차 응고조에는 pH 10이 되도록 암모니아수로 조절된 에탄올 용액(염기성 용액)이 채워졌고, 탈수조에는 94.5 중량% 에탄올이 채워졌다. 산성의 ADM 콜라겐 용액은 응고조와 탈수조를 거치면서 섬유의 산도가 중성으로 조절되었다.

[0083] 주사기를 통해 압출 방사된 ADM 콜라겐 용액은 1차 응고조의 염기성 용액에 노출 즉시 응고되어 길이 3m까지의 자신의 무게를 지탱할 수 있는 부드러운 젤형의 고체 콜라겐 필라멘트로 변하였고, 연속해서 2차 응고조 및 탈수조를 거치면서 콜라겐 필라멘트는 더 단단한 형태가 되었다. 습식 방적된(wet spun) 필라멘트는 조(tank) 내부에서 총 3m의 거리(각 조에서 1m 이동)를 이동한 다음 탈수조 외부에 설치된 로테이팅 스펀을 거쳐 테이크업 롤러 위로 감겨졌다. 여기에서 산성의 ADM 콜라겐 용액이 pH 10으로 조절된 응고조를 통과하게 되면 염기에 의해 중화되면서 에탄올이나 메탄올 등에 불용성인 콜라겐은 석출되고, 또한 ADM 콜라겐 용액에 들어 있는 수분은 빠른 속도로 탈수조에 있는 에탄올로 녹아 들어가 섬유화가 진행되었다.

[0084] 상기와 같이 총 3m의 응고조 및 탈수조를 통과하더라도 탈수조에서 바로 나온 콜라겐 필라멘트는 여전히 미량의 수분과 에탄올을 함유하고 있으므로 테이크업 롤러로 권취하기 전까지 2m 정도 대기 중에 통과시켜 콜라겐 필라멘트를 완전히 건조하여, 권취 후 콜라겐 섬유가 서로 붙는 현상을 방지하였다. 특히 블랙 테프론 시트를 테이크업 롤러에 부착하여 콜라겐 섬유가 테이크업 롤러에 붙는 것을 방지하면서 콜라겐 섬유의 양과 상태를 쉽게 식별할 수 있었다(도 2의 (b) 사진 참조).

[0086] 실시예 2 내지 5

[0087] 상기 실시예 1에서 하기 표 1에 기재된 크기의 바늘, ADM 콜라겐 용액 방출 속도 및 콜라겐 필라멘트 권취 속도로 변경한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 실시하여 콜라겐 섬유를 제조하였다.

표 1

구분	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5
바늘크기	21G	21G	22G	22G	22G
ADM 콜라겐 용액 방출속도(mL/h)	9.0	13.0	6.0	9.0	11.0
콜라겐 필라멘트권취속도(m/min)	1.4	2.0	1.1	2.0	2.4

[0090] [시험예]

[0091] 상기 실시예 1 내지 5에서 제조한 콜라겐 섬유의 단면을 관찰하기 위해서 TM 1000 Table Top SEM을 사용하였으며, 기계적 물성을 확인하기 위해서는 FAVIMAT and FAVIGRAPH Single-Fiber Tester(Herbert Stein GmbH & Co. KG Dohrweg 65)을 210 cN load cell, 20 mm gauge 길이, 2 mm/min 조건으로 파단강도를 측정하였고, 그 결과는 하기 도 3, 4에 나타내었다.

[0093] 하기 도 3은 실시예 1 및 2에서 압출 시 각각 21G 및 22G의 니들을 사용하여 제조한 ADM 콜라겐 섬유의 외관(50x), 표면(800x) 및 단면(1,000x)을 SEM으로 촬영한 이미지인데, 이에 나타난 바와 같이, 본 발명에 따른 ADM 콜라겐 섬유는 표면이 섬유 번들 형태로 보이고, 단면은 외부면과 내부면이 서로 다른 이중 층 형태를 띄고 있

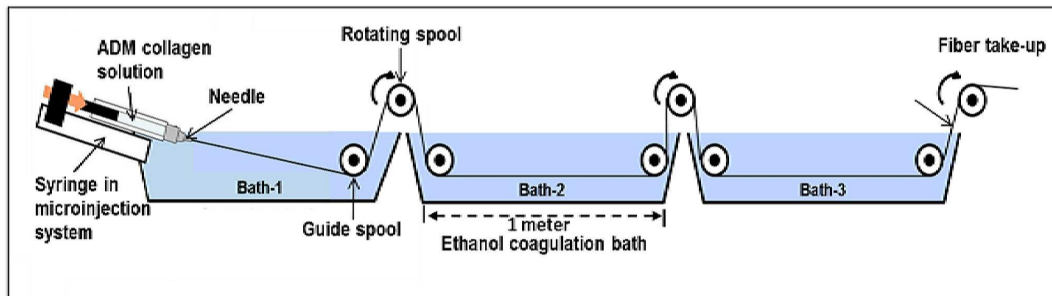
음을 확인할 수 있었다. 보다 자세히 설명하면, 사진 (a)는 바늘 크기 21G와 22G로부터 제조된 ADM 콜라겐 섬유 방적 섬유를 같이 놓고 촬영한 사진인데 두 경우 모두 전체적인 섬유의 형태를 보여주었고, 사진 (b)와 (c)는 각각 바늘 크기 21G 및 22G를 이용하여 얻은 ADM 콜라겐 섬유의 표면 형태와 단면 모양을 상하 대비하여 나타낸 사진인데, 일차적으로 응고조에서 ADM 콜라겐 용액이 바깥부분부터 응고가 일어나고 이와 동시에 연신이 일어나기 때문에 표면부터 섬유화가 진행되면서 주사바늘 크기 보다 훨씬 얇은 섬유가 외부에 형성되고, 이와는 달리 섬유의 내부는 훨씬 늦은 속도로 응고조의 염기성 용액과 접촉하여 단면이 둥근 형태가 되는 것을 확인할 수 있었다. 다만, 완전한 원형 구조가 아니고 섬유 번들로 변화되는 중간 모양으로 이루어져 있으며, 이와 같은 현상은 사용하는 ADM 콜라겐 용액의 농도, 응고 속도 및 연신 속도 등에 좌우될 수 있다.

[0095] 또한, 하기 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 ADM 콜라겐 섬유에 대하여 압출 시 니들의 크기 및 인장 정도에 따른 힘-인장률(%)을 나타낸 그래프인데, 바늘 크기 22G에서 연신 안 한 콜라겐 섬유의 경우((a) 참조) 평균 120 cN 정도의 파단 강도를 보여주는 반면, 바늘 크기 22G에서 인장한 섬유((b) 참조) 및 바늘 크기 21G에서 연신한 섬유의 경우((c) 참조)는 140 cN 정도의 파단 강도를 나타내어, 연신한 경우가 약간 높은 파단 강도 값을 가짐을 확인할 수 있었다. 이와 같은 경향은 본 발명에 따른 모든 실시예에서 관측되는 결과이다.

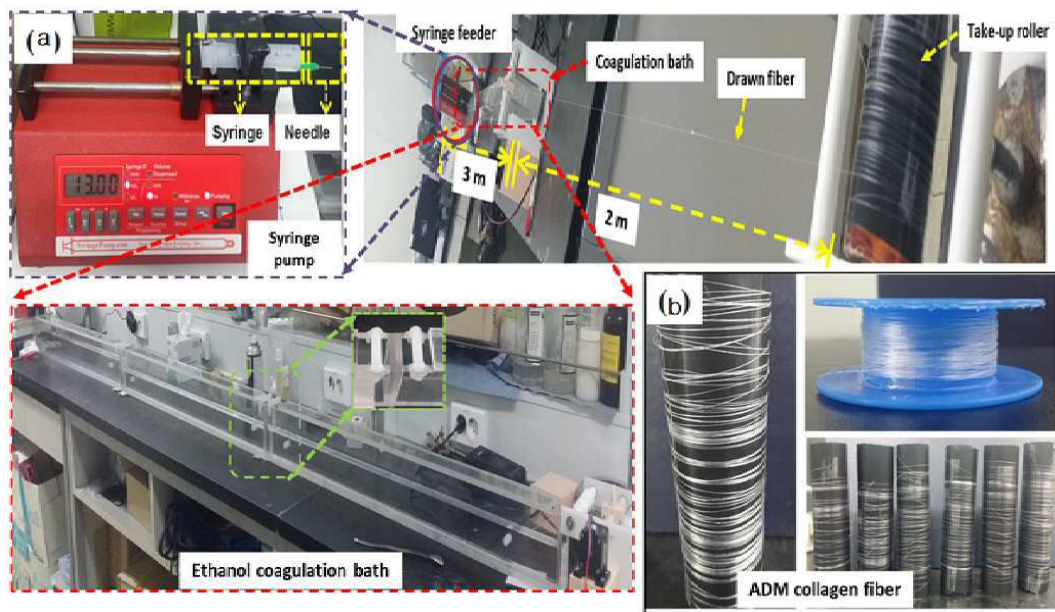
[0097] 결론적으로, 본 발명은 ADM 처리된 콜라겐 겹질을 바로 분쇄하여 얻은 용액을 바로 원하는 콜라겐 농도의 도프 용액(dope solution)으로 만들 수 있어서 도프 용액의 농도 조절이 매우 용이하므로, 동결 건조-수화-분쇄 공정을 추가로 거쳐야 할 뿐만 아니라 극히 제한적인 콜라겐 농도 범위(1% 이내)를 갖는 종래의 콜라겐 섬유 제조 공정보다 시간, 비용 및 생산성 면에 있어서 매우 우수하고, 또한 본 발명은 상기 도프 용액의 농도 조절, 도프 용액의 방사속도(방출속도) 조절, 응고조에서의 시간 및 테이크업(take-up) 속도(권취속도)로 쉽게 콜라겐 섬유의 연신비를 조절할 수 있으며, 콜라겐 섬유의 두께와 형태도 응고조의 pH, 주사바늘의 굵기 또는 인장력 조절 등으로 용이하게 달성 가능한 이점이 있고, 콜라겐 섬유의 생산량은 다양한 노즐 형태를 적용하면 크게 향상시킬 수 있는 장점이 있다.

도면

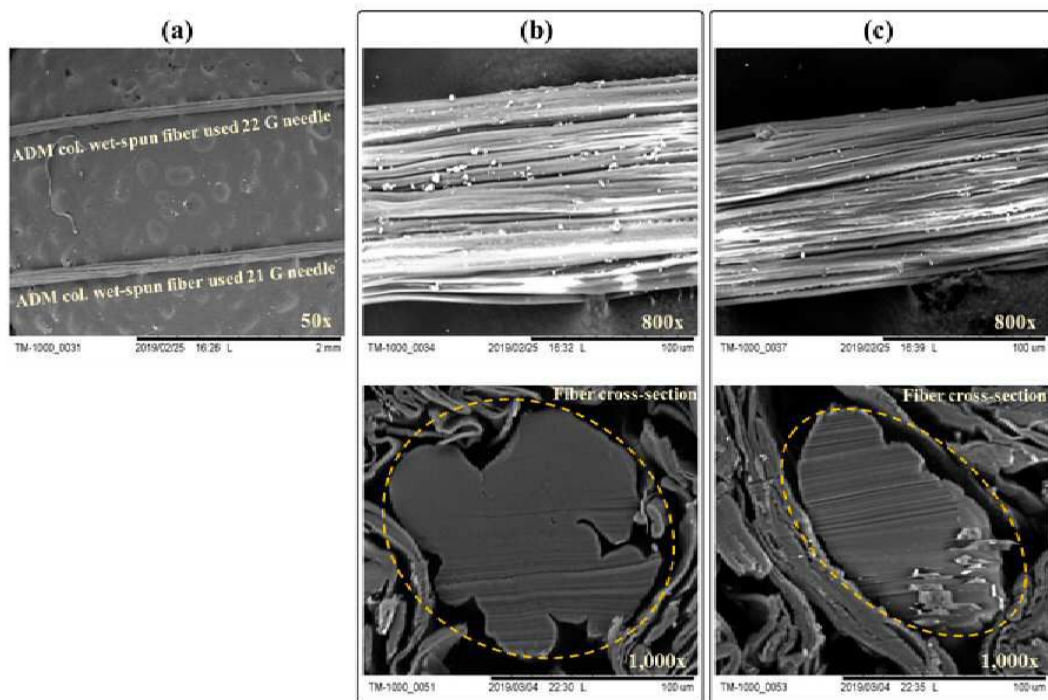
도면1



도면2



도면3



도면4

