



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0000009
(43) 공개일자 2021년01월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D06M 15/03 (2006.01) A61F 13/00 (2006.01)
D04H 1/425 (2012.01) D06M 11/83 (2020.01)
(52) CPC특허분류
D06M 15/03 (2013.01)
A61F 13/00012 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0074711
(22) 출원일자 2019년06월24일
심사청구일자 2019년06월24일

(71) 출원인
조석형
충청북도 청주시 청원구 주성로96번길 29, 106동 1401호(울량동, 삼성아파트)
주식회사 진바이오메드
경기도 김포시 통진읍 월하로519번길 , 가동(124-52)
(72) 발명자
조석형
충청북도 청주시 청원구 주성로96번길 29, 106동 1401호(울량동, 삼성아파트)
송진
경기도 부천시 오정구 수주로 18 ,1동107호(고강동, 동문미도아파트)
(74) 대리인
특허법인 충무

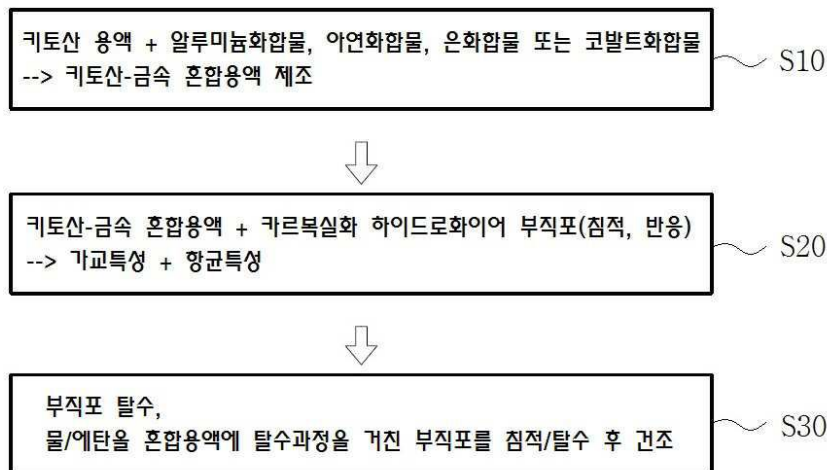
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 **항균성과 가교특성을 동시에 부여하는 수용성 하이드로화이버 부직포 제조방법, 이로부터 제조된 수용성 하이드로화이버 부직포를 이용한 운드드레싱**

(57) 요약

본 발명은 키토산 용액에 알루미늄화합물, 아연화합물, 은화합물 및 코발트화합물을 첨가하여 혼합용액을 제조하고, 상기 혼합용액에 카르복실화 부직포를 상온에서 침적, 반응시킴으로써, 키토산의 아민기-금속-카르복실기의 킬레이트 반응에 의한 항균성과 가교특성을 동시에 부여하여, 높은 항균성을 가지며 카르복실화 부직포를 가교화시켜 겔강도를 증가시킨 수용성 하이드로화이버 부직포의 제조방법과, 이로부터 제조된 수용성 하이드로화이버 부직포를 이용한 운드드레싱에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

A61F 13/0063 (2013.01)

D04H 1/425 (2013.01)

D06M 11/83 (2013.01)

A61F 2013/00238 (2013.01)

D10B 2401/13 (2013.01)

D10B 2509/022 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

면 또는 레이온으로 이루어진 섬유로 직조된 부직포를 그대로 카르복실화하여 수득한 순수한 수용성 카르복실화 하이드로화이버 부직포를 이용하는 항균성 하이드로화이버 부직포 제조방법에 있어서,

키토산 용액에 알루미늄화합물, 아연화합물, 은화합물 또는 코발트화합물 중 선택되는 어느 1종 이상의 금속을 첨가하고 용해시켜 키토산-금속 혼합용액을 제조하는 단계(S10)와,

상기 키토산-금속 혼합용액 내에 상기 카르복실화 하이드로화이버 부직포를 35 ~ 45 °C에서 2 분 ~ 10 분 동안 침적, 반응시켜 가교와 동시에 항균성을 부여하는 단계(S20)와,

항균성을 부여한 부직포를 탈수한 후, 물과 에탄올의 혼합용액에 상기 탈수과정을 거친 부직포를 침적한 후 탈수하는 과정을 2 ~ 4회 반복하는 단계(S30)를 포함하는 것을 특징으로 하는 수용성 하이드로화이버 부직포 제조 방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

키토산 용액은 분자량이 5 만 내지 20 만인 키토산을 물과 에탄올의 혼합 용액에 용해시키되, 상기 키토산의 농도가 0.5 wt% ~ 3.0 wt%가 되도록 용해시키는 것을 특징으로 하는 수용성 하이드로화이버 부직포 제조방법.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

금속의 사용량은 부직포의 카르복실기에 대하여 동몰 내지 1/32몰의 범위 내인 것을 특징으로 하는 수용성 하이드로화이버 부직포 제조방법.

청구항 4

청구항 1에 있어서,

금속의 사용량은 키토산의 아민기에 대하여 동몰 내지 1/32몰의 범위 내인 것을 특징으로 하는 수용성 하이드로화이버 부직포 제조방법.

청구항 5

청구항 1 내지 청구항 4 중 선택되는 어느 한 항의 제조방법을 통해 제조된 수용성 하이드로화이버를 원하는 규격에 맞게 재단한 것을 특징으로 하는 운드드레싱.

발명의 설명

기술분야

본 발명은 키토산 용액에 알루미늄화합물, 아연화합물, 은화합물 및 코발트화합물을 첨가하여 혼합용액을 제조하고, 상기 혼합용액에 카르복실화 부직포를 상온에서 침적, 반응시킴으로써, 키토산의 아민기-금속-카르복실기

[0001]

의 킬레이트 반응에 의한 항균성과 가교특성을 동시에 부여하여, 높은 항균성을 가지며 카르복실화 부직포를 가교화시켜 겔강도를 증가시킨 수용성 하이드로화이버 부직포의 제조방법과, 이로부터 제조된 수용성 하이드로화이버 부직포를 이용한 운드드레싱에 관한 것이다.

배경 기술

- [0003] 전 세계적으로 전통적인 거즈 형태의 상처관리 제품에 상처 재생 효과가 높은 창상피복재의 사용이 확대되면서 창상피복재 시장은 기존의 상처관리 제품의 성장 2.2% 보다 높은 3.1%의 성장이 예상되고 있다.
- [0005] 국내 시장 또한 상처치료에 대한 인식 변화로 창상피복재의 사용이 확대되고 있다. 최근 국산 제품의 생산 (30.8%) 및 사용률(38.2%)이 급격히 증가하면서, 국내 시장에서 국내 기업과 외산 기업 간의 치열한 시장 경쟁이 진행되고 있는 중이다.
- [0007] 일반적으로 상처치료는 건조한 상태보다 수분환경이 유지되는 경우가 훨씬 치료 속도가 빠르다. 현재 사용되고 있는 드레싱제 중 수화겔은 습윤 상태가 지속적으로 요구되는 화상치료 또는 피부 재생 목적에 사용되는 재료로서, 대개 60% 이상의 수분을 함유하여야만 목적을 달성할 수 있다.
- [0009] 심한 화상 치료의 경우에는 자가이식이나 환자의 섬유아세포의 생체 내(in vitro)에서 배양한 조직을 이식하게 된다. 그러나 상기의 기술을 시행하기까지는 상당한 시간이 요구되기 때문에 기술 전에 환부의 감염을 막는 것이 필수적이다.
- [0011] 창상의 형태에 따라 다양한 형태로 창상피복재가 개발되고 있으며 국내에서는 주로 폼(Foam), 필름(Film), 하이드로겔(Hydrogel)의 드레싱제를 개발하여 생산하고 있다. 국외 다국적 기업에서는 이보다 진보된 형태로서, 하이드로겔(Hydrogel), 알기네이트(Alginate), 하이드로화이버(Hydrofiber), 폴리우레탄 폼(Polyurethane foam) 등을 활용한 다양한 제품이 개발되어 판매되고 있다.
- [0013] 일반적으로 습윤성 폼드레싱제나 수화겔을 제조하기 위해서는 수화겔을 형성할 수 있는 고분자가 선택되어야 하고, 외부 환경의 변화(온도, pH, 용매조성, 전기장, 광도, 화학물질 등)에 대하여 민감하게 반응하지 않아 흡수율 등의 물성변화를 나타내지 않아야 한다.
- [0015] 현재 사용되고 있는 드레싱제인 폼드레싱제 및 수화겔은 대부분 습윤상태만을 유지하거나 삼출물 등에 의해 용해되어 상처부위에 잔여물이 달라붙어 있어 2차적으로 상처부위를 세척해야 하는 문제점이 있다. 그리고 상기 폼드레싱제는 우레탄 등으로 제조되기 때문에 상처의 치유를 촉진할 수 있는 물질이나 항균성을 부여하기 어렵고, 수화겔의 경우에도 공정상 항균성을 부여하기 어렵다.
- [0017] 이와 같은 문제를 해결하기 위하여, 고분자 구조의 특성상 모세관 및 삼투압 현상에 의해 물을 흡수하여 수분을 함유하고, 정전기적, 친유성 상호작용 및 고분자쇄 사이의 적당한 가교를 통해 삼출물이나 물에 용해되지 않는 특징을 가지면서 항균성 및 상처치유에 도움이 되는 물질이 함유된 드레싱제의 개발이 필요한 실정이다.
- [0019] 본 발명과 종래 개시된 특허기술들을 살펴보면, 미국 등록특허 제5,389,376호의 경우, 방사선 가교법을 이용한 상처치료용 드레싱의 제조방법을 개시하고 있으며, 폴리비닐피롤리돈에 아가, 폴리에틸렌옥사이드를 혼합하고 이것을 방사선으로 조사 및 가교하여 이루어지는 기술을 개시하고 있다.
- [0020] 본 발명과 비교하여 볼 때, 방사선의 가교법의 특징, 즉 가교와 멸균을 동시에 추진할 수 있는 장점이 있으나,

폴리비닐피롤리돈과 아가의 혼합시 수화겔의 강도가 낮고, 혼용성이 좋지 않아서 강도가 약해 찢어지는 문제가 있다.

- [0022] 미국 등록특허 제5,480,717호의 경우, 점착제가 부착된 고분자 필름에 폴리비닐피롤리돈 수용액을 캐스팅하고 방사선으로 조사하여 제조된 수화겔을 개시하고 있다.
- [0023] 본 발명과 비교하여 볼 때, 상기 수화겔은 강도가 약한 반면, 점착성이 너무 강하여 상처부위에, 수화겔을 제조할 때 사용된 폴리비닐피롤리돈이 잔류하는 문제가 있다.
- [0025] 일본 공개특허 제9-267453호의 경우, 폴리비닐알콜을 기본 소재로 하고 여기에 다른 적층제를 첨가하여 물성을 개선하는 기술에 대해 개시하고 있다.
- [0026] 본 발명과 비교하여 볼 때, 단순히 방사선 조사로 제품을 제조하기 때문에 물성 개선에 한계가 있어, 방사선 조사를 하지 않고는 포장재에 형태를 유지시키면서 넣을 수 없기 때문에 2회에 걸쳐 방사선을 조사해야 하며, 환부에 장기 사용시에는 항균제를 별도로 사용해야 하는 문제가 있다.
- [0028] 이외에, 대한민국 공개특허 제2001-0086864호는 폴리비닐피롤리돈 합성 고분자를 키토산, 키토산과 폴리에틸렌 옥사이드 또는 알긴산나트륨과 폴리에틸렌옥사이드와 혼합하여 수용액을 제조하고, 시트 형태로 성형한 후에 포장하는 단계 및 포장된 시트에 방사선을 조사하는 단계로 이루어지는 기술에 대해 개시하고 있으며,
- [0029] 대한민국 공개특허 제2004-0085646호는 폴리비닐피롤리돈, 다가알코올 및 카라기난으로 이루어진 조성물을 포함하는 수화겔 드레싱, 트레이 및 방사선 조사에 의한 그의 제조방법 및 이를 이용한 상처치료용 드레싱 또는 피부미용 팩제를 개시하고 있다.
- [0030] 또한 대한민국 등록특허 제10-1318421호는 지혈 및 상처치유용 카복시메틸셀룰로오스 폼 및 그의 제조방법으로 카복시메틸셀룰로오스폼을 동결건조방식으로 제조한 후, 적절한 산처리 및 압착단계를 거침으로써 폼의 흡액도를 현저히 증가시켰으며, 흡액시에도 겔화되지 않고 형상을 그대로 유지하는 기술을 개시하고 있다.
- [0032] 종합적으로 검토하여 볼 때, 종래 개시된 기술들은 사용가능 시간이 짧은 문제가 있어, 12시간 이상 공기 중에 노출되면 수분이 증발되어 상처치료의 기능을 할 수 없고, 제조공정이 복잡하고 제조 코스트가 많이 드는 문제가 있다.
- [0033] 그리고 항균제 등의 처리를 따로 해야하는 기술적 문제와 삼출물의 흡수가 충분하지 않다는 문제가 있다.
- [0035] 이와 같은 문제를 해결하기 위하여, 본 출원인은 공개특허 10-2018-0041980호(공개일자 2018년04월25일)를 통해 '수용성 하이드로화이버 제조방법, 이로부터 제조된 수용성 하이드로화이버를 이용한 운드드레싱'에 대한 기술을 개시한 바 있다.
- [0036] 상기 공개특허에는 이미 가교된 하이드로화이버 부직포 또는 직포를 제3혼합용액(키토산 용액에 알루미늄화합물 또는 칼슘화합물을 첨가하여 용해시킨 용액)에 침적, 반응시켜 항균성을 부여하는 기술이 개시되어 있다.
- [0037] 본 출원인은 상기 하이드로화이버 부직포의 항균성을 향상시킬 수 있는 방법에 대해 많은 연구 및 실험을 진행하였으며, 그 결과 본 발명에서 제시하는 혼합용액에 카르복실화 부직포를 침적, 반응시킴으로써 가교반응이 일어남과 동시에 항균성이 동시에 부여되어 높은 항균특성의 수용성 하이드로화이버 부직포를 개발하게 되었다.
- [0038] 본 발명을 통해 상기 가교반응이 일어남과 동시에 항균성이 동시에 부여되어 높은 항균특성을 갖는 수용성 하이드로화이버 부직포와, 상기 수용성 하이드로화이버 부직포를 이용한 운드드레싱을 제공하고자 한다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0040] (특허문헌 0001) 미국 등록특허 제5,389,376호(등록일자 1995.02.14)
- (특허문헌 0002) 미국 등록특허 제5,480,717호(등록일자 1996.01.02)
- (특허문헌 0003) 일본 공개특허 제9-267453호(공개일자 1997.10.14)
- (특허문헌 0004) 대한민국 공개특허 제2001-0086864호(공개일자 2001.09.15)
- (특허문헌 0005) 대한민국 공개특허 제2004-0085646호(공개일자 2004.10.08)
- (특허문헌 0006) 대한민국 등록특허 제10-1318421호(등록일자 2013.10.08)
- (특허문헌 0007) 대한민국 공개특허 10-2018-0041980호(공개일자 2018.04.25)

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0041] 본 발명은 키토산 용액에 알루미늄화합물, 아연화합물, 은화합물 및 코발트화합물을 첨가하여 혼합용액을 제조하고, 상기 혼합용액에 카르복실화 부직포를 상온에서 침적, 반응시킴으로써, 키토산의 아민기-금속-카르복실기의 킬레이트 반응에 의한 항균성과 가교특성을 동시에 부여하여, 높은 항균성을 가지며 카르복실화 부직포를 가교화시켜 겔강도를 증가시킨 수용성 하이드로화이버 부직포의 제조방법과, 이로부터 제조된 수용성 하이드로화이버 부직포를 이용한 운드드레싱을 제공하고자 하는 것을 발명의 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0043] 상기 목적을 이루기 위하여,
- [0044] 본 발명은 먼 또는 레이온으로 이루어진 섬유로 직조된 부직포를 그대로 카르복실화하여 수득한 순수한 수용성 카르복실화 하이드로화이버 부직포를 이용하는 항균성 하이드로화이버 부직포 제조방법에 있어서,
- [0045] 키토산 용액에 알루미늄화합물, 아연화합물, 은화합물 또는 코발트화합물 중 선택되는 어느 1종 이상의 금속을 첨가하고 용해시켜 키토산-금속 혼합용액을 제조하는 단계(S10)와,
- [0046] 상기 키토산-금속 혼합용액 내에 상기 카르복실화 하이드로화이버 부직포를 35 ~ 45 °C에서 2 분 ~ 10 분 동안 침적, 반응시켜 가교와 동시에 항균성을 부여하는 단계(S20)와,
- [0047] 항균성을 부여한 부직포를 탈수한 후, 물과 에탄올의 혼합용액에 상기 탈수과정을 거친 부직포를 침적한 후 탈수하는 과정을 2 ~ 4회 반복하는 단계(S30)를 포함하는, 수용성 하이드로화이버 부직포 제조방법을 제공한다.
- [0049] 그리고 상기 수용성 하이드로화이버 부직포 제조방법을 통해 제조된 수용성 하이드로화이버를 원하는 규격에 맞게 재단한 것을 특징으로 하는 운드드레싱을 제공한다.

발명의 효과

- [0051] 본 발명은 키토산 용액에 금속인 알루미늄화합물, 아연화합물, 은화합물 및 코발트화합물을 첨가하여 제조한 혼합용액에 카르복실화 부직포를 침적, 반응시킴으로써 가교와 동시에 항균성을 부여할 수 있어 높은 항균특성을 가지며 또한 카르복실화 부직포를 가교화시켜 겔강도를 증가시키는 효과를 갖는다.

도면의 간단한 설명

[0053] 도 1은 본 발명의 수용성 하이드로화이버 부직포 제조방법에 따른 공정순서도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0054] 본 발명에 따른 기술 구성을 도면과 함께 구체적으로 살펴보도록 한다.

[0056] 도 1에 도시된 바와 같이,

[0057] 본 발명에 따른 수용성 하이드로화이버 부직포 제조방법은,

[0058] 먼 또는 레이온으로 이루어진 섬유로 직조된 부직포를 그대로 카르복실화하여 수득한 순수한 수용성 카르복실화 하이드로화이버 부직포를 이용하는 것으로서,

[0059] 키토산 용액에 알루미늄화합물, 아연화합물, 은화합물 또는 코발트화합물 중 선택되는 어느 1종 이상의 금속을 첨가하고 용해시켜 키토산-금속 혼합용액을 제조하는 단계(S10)와,

[0060] 상기 키토산-금속 혼합용액 내에 상기 카르복실화 하이드로화이버 부직포를 35 ~ 45 °C에서 2 분 ~ 10 분 동안 침적, 반응시켜 가교와 동시에 항균성을 부여하는 단계(S20)와,

[0061] 항균성을 부여한 부직포를 탈수한 후, 물과 에탄올의 혼합용액에 상기 탈수과정을 거친 부직포를 침적한 후 탈수하는 과정을 2 ~ 4회 반복하는 단계(S30)를 포함한다.

[0063] 이하, 상기 수용성 하이드로화이버 부직포 제조방법의 각 단계별 기술 구성에 대해 더욱 구체적으로 살펴보도록 한다.

[0065] 1. 키토산-금속 혼합용액 제조단계(S10)

[0067] 상기 키토산-금속 혼합용액은 키토산 용액에 알루미늄화합물, 아연화합물, 은화합물 또는 코발트화합물 중 선택되는 어느 1종 또는 2종 이상의 금속을 첨가하여 제조한다.

[0069] 상기 키토산 용액은 분자량이 5 만 내지 20 만인 키토산을 물과 에탄올의 혼합 용액에 용해시키되, 상기 키토산의 농도가 0.5 wt% ~ 3.0 wt%가 되도록 용해시키는 것을 사용한다.

[0071] 상기 키토산의 농도가 0.5 wt% 미만인 경우에는 키토산의 양이 너무 적어 항균성이나 가교특성을 내기 어렵고, 3.0 wt%를 초과하게 되는 경우에는 점도가 너무 높아 카르복실화 부직포의 내부로 들어가기 어렵고 반응 후 세척해야 하는 단점이 있으므로, 상기 키토산의 농도는 0.5 wt% ~ 3.0 wt%의 범위 내에서 유지되는 것이 바람직하다.

[0073] 상기 금속의 사용량은 부직포의 카르복실기 및 키토산의 아민기에 대하여 동몰 내지 1/32몰의 범위 내로 한정한다.

[0074] 바람직하게는 1/4 내지 1/16몰의 범위 내로 한정한다.

[0075] 상기 사용량이 동몰보다 큰 경우에는 가교특성이 나타나지 않는 문제가 있고, 1/32몰보다 작은 경우에는 항균성 및 겔 강도가 너무 작아 부직포가 물이나 혈액을 흡수했을 때 부직포의 형태가 무너지는 단점이 있으므로, 상기 금속의 사용량은 부직포의 카르복실기 및 키토산의 아민기에 대하여 동몰 내지 1/32몰의 범위 내로 한정하는 것이 바람직하다.

[0077] 상기 금속 중 알루미늄화합물은 질산알루미늄, 초산알루미늄, 젖산알루미늄 또는 염화알루미늄 중 선택되는 어

는 1종 또는 2종 이상의 1가의 산으로 이루어진 화합물을 사용하고,

[0078] 상기 아연화합물은 질산아연, 초산아연, 젓산아연 또는 염화아연을 사용하고,

[0079] 상기 은화합물은 산화은 또는 질산은을 사용하며,

[0080] 상기 코발트화합물은 질산코발트, 염화코발트 또는 초산코발트 중 선택되는 어느 1종 또는 2종 이상인 것을 사용한다.

[0082] 이때 질산알루미늄, 초산아연, 산화은 또는 염화코발트 중에서 선택하여 사용하는 것이 바람직하고, 2개 이상의 화합물을 같이 사용해도 상관없다.

[0084] 각 성분들의 배합비를 한정하는 이유는 카르복실기와 아민기의 반응할 수 있는 리간드가 한정되어 있으며 키토산과 카르복실화 부직포 사이에 킬레이트 반응에 의한 적당한 가교도를 유지시켜 부직포의 흡수성, 지혈특성 및 항균성을 갖기 위함이다.

[0087] **2. 키토산-금속 혼합용액에 카르복실화 하이드로화이버 부직포를 침적, 반응시키는 단계(S20)**

[0089] 상기 카르복실화 하이드로화이버 부직포는 면 또는 레이온으로 이루어진 섬유로 직조된 부직포를 그대로 카르복실화하여 제조된 순수한 수용성 카르복실화 하이드로화이버 부직포이다.

[0091] 상기 면(Cotton)은 목화씨에 붙어있는 단섬유(staple fiber)를 말한다.

[0093] 상기 레이온은 목재 또는 무명의 부스러기 등을 화학적 방법으로 처리하여 순수한 섬유소로 이루어진 펄프를 만들고 이를 화학적으로 용해하여 다시 섬유상으로 응고시킨 것을 말한다. 상기 펄프는 기계적, 화학적 처리에 의하여 식물체의 섬유를 추출한 것으로 주로 섬유나 종이 따위의 원료로 사용된다.

[0095] 상기 순수한 수용성 카르복실화 하이드로화이버 부직포의 구체적인 제조에는 다음과 같다.

[0096] 물과 에탄올이 3:7의 부피비율로 혼합된 에탄올 수용액 12 L에 NaOH 1 kg을 용해시키고 면으로 제조된 부직포 500 g을 침적시켜 25℃의 상온에서 24 시간 동안 반응시킨다. 반응시켜 생성된 반응물에 모노클로로아세트산 1 kg을 넣어 5 시간 동안 반응시켜 카르복실화 면부직포를 제조한다. 이 카르복실화 부직포를 3회 세척하여 순수한 카르복실화 면부직포를 제조한다. 이때 상기 면부직포의 카르복실화율은 80 %이다.

[0098] 상기 부직포는 섬유를 기계적, 화학적 또는 열로 처리하여 섬유집합체로 결속시켜 직접 포의 형태를 이루게 한 것으로서 접착포(bonded fabric)이라고도 한다.

[0100] 본 단계(S20)는 상기 순수한 수용성 카르복실화 하이드로화이버 부직포를 전 단계(S10)에서 수득한 키토산-금속 혼합용액에 침적, 반응시키되, 상기 키토산-금속 혼합용액의 온도를 35 ~ 45 ℃로 유지한 상태에서 2 분 ~ 10 분 동안 침적, 반응시킴으로써, 키토산의 아민기-금속-카르복실기의 킬레이트 반응에 의한 항균성과 가교특성을 동시에 부여하는 단계이다.

[0103] 3. 물과 에탄올의 혼합용액에 침적, 탈수하는 단계(S30)

[0105] 본 단계(S30)는 전 단계(S20)의 항균성을 부여한 부직포를 탈수한 후, 물과 에탄올의 혼합용액에 상기 탈수과정을 거친 부직포를 침적, 탈수하여 본 발명에 따른 수용성 하이드로화이버 부직포를 완성하는 단계이다.

[0106] 이때, 상기 침적과 탈수과정은 2 ~ 4회 반복한다. 더욱 구체적으로는 3회 반복한다.

[0108] 상기 물과 에탄올의 혼합용액은 구체적인 예로서, 순수한 물과 에탄올을 3:7의 부피비율로 혼합한 혼합용액을 사용한다.

[0110] 상기 수용성 하이드로화이버 부직포 제조에 대한 구체적인 예를 실시예를 통해 살펴보도록 한다.

실시예 1

[0113] 물과 에탄올을 3:7의 부피비로 혼합한 혼합용액 20 L에 키토산 200 g(0.25몰)를 용해시키고, 여기에 질산알루미늄 58.59 g(0.16몰)을 용해시킨다.

[0114] 다음으로 온도를 40 °C로 유지하면서 상기 제조예를 보인 카르복실화 면부직포 1 kg을 5 분간 침적시킨다.

[0115] 그리고 상기 카르복실화 면부직포를 꺼내어 탈수기로 탈수한 후 순수한 물과 에탄올을 3:7 부피비로 혼합한 혼합용액 20 L에 침적-탈수를 3회함으로써, 본 발명에 따른 키토산의 아민기-금속-카르복실기의 킬레이트 반응이 이루어진 수용성 하이드로화이버가 완성된다.

실시예 2

[0118] 실시예 1의 질산알루미늄을 대신하여, 질산은 3.3 g(0.02몰)을 사용하는 것을 제외하고 실시예 1과 동일하게 실시하여 수용성 하이드로화이버를 제조하였다.

실시예 3

[0121] 실시예 1의 질산알루미늄을 대신하여, 초산아연 4.3 g(0.02몰)을 사용하는 것을 제외하고 실시예 1과 동일하게 실시하여 수용성 하이드로화이버를 제조하였다.

실시예 4

[0124] 실시예 1의 질산알루미늄을 대신하여, 질산은 1.3 g(0.01몰)과 초산아연 2.2 g(0.01몰)을 사용하는 것을 제외하고 실시예 1과 동일하게 실시하여 수용성 하이드로화이버를 제조하였다.

[0126] [시험예 1]

[0128] [항균성 측정]

[0129]

[0130] 키토산과 금속을 킬레이트화한 수용성 하이드로화이버 부직포의 항균성을 ASTM E2149-10에 의해 측정하였다. 측정 방법은 다음과 같다.

[0132] ① 완제품을 페트리디쉬에 무균적으로 놓는다.

[0133] ② 최소 10^6 cfu/mL의 균액 1 mL을 시료에 접종한 다음 지정된 온도에서 배양한다.

[0134] ③ 접촉시간을 설정하여 정해진 시간에 맞춰 시료와 중화용액 섞은 다음 Stomacher을 사용하여 시료에서 균을 분리한다.

[0135] ④ 균액 1 mL을 적절히 희석하여 Pour plating 방법이나 Spread plating방법을 사용하여 도말한다.

[0136] ⑤ 지정된 온도에서 24 시간 혹은 48 시간 배양하여 생균수를 측정한다.

[0137] ⑥ 아래의 공식을 사용하여 감소율을 구한다.

[0139] $\text{Log}_{10} \text{ reduction (LR)} = \text{mean log}_{10}(\text{초기균수}) - \text{mean log}_{10}(\text{생존균수})$

[0140] $\text{Percent reduction(\%)} = 100 \times (1 - 10^{-\text{LR}})$

[0142] 상기 항균성 측정에 따른 결과는 다음의 표 1 내지 표 4와 같다.

[0143] 하기 표 1은 실시예 1에 따른 결과이다.

[0144] 하기 표 2는 실시예 2에 따른 결과이다.

[0145] 하기 표 3은 실시예 3에 따른 결과이다.

[0146] 하기 표 4는 실시예 4에 따른 결과이다.

표 1

[0148]

시험항목		초기농도 (CFC/mL)	24시간 후 농도 (CFC/mL)	세균감소율(%)
대장균	BLANK	1.7×10^4	5.9×10^4	99.9
	항균제 처리	1.4×10^4	<10	
황색포도상구균	BLANK	1.3×10^4	2.2×10^4	99.9
	항균제 처리	1.1×10^4	<10	
살모넬라	BLANK	4.2×10^5	6.0×10^5	99.9
	항균제 처리	-	<10	
녹농균	BLANK	5.2×10^5	9.2×10^5	99.9
	항균제 처리	-	<10	

[0149]

표 2

[0150]

시험항목		초기농도 (CFC/mL)	24시간 후 농도 (CFC/mL)	세균감소율(%)
대장균	BLANK	1.7×10^4	6.9×10^4	99.9
	항균제 처리	1.7×10^4	<10	
황색포도상구균	BLANK	1.3×10^4	4.2×10^4	99.9
	항균제 처리	1.3×10^4	<10	
살모넬라	BLANK	4.2×10^5	7.0×10^5	99.9
	항균제 처리	-	<10	
녹농균	BLANK	5.2×10^5	9.2×10^5	99.9
	항균제 처리	-	<10	

[0151]

표 3

[0152]

시험항목		초기농도 (CFC/mL)	24시간 후 농도 (CFC/mL)	세균감소율(%)
대장균	BLANK	2.7×10^4	8.9×10^4	99.9
	항균제 처리	1.7×10^4	<10	
황색포도상구균	BLANK	1.3×10^4	6.2×10^4	99.9
	항균제 처리	1.3×10^4	<10	
살모넬라	BLANK	2.2×10^5	6.0×10^5	99.9
	항균제 처리	-	<10	
녹농균	BLANK	5.2×10^5	8.2×10^5	99.9
	항균제 처리	-	<10	

표 4

[0153]

시험항목		초기농도 (CFC/mL)	24시간 후 농도 (CFC/mL)	세균감소율(%)
대장균	BLANK	2.7×10^4	8.9×10^4	99.9
	항균제 처리	1.7×10^4	<10	
황색포도상구균	BLANK	1.3×10^4	7.2×10^4	99.9
	항균제 처리	1.3×10^4	<10	
살모넬라	BLANK	1.2×10^5	9.0×10^5	99.9
	항균제 처리	-	<10	
녹농균	BLANK	2.2×10^5	8.2×10^5	99.9
	항균제 처리	-	<10	

[0155] 측정 결과, 상기 표 1 내지 표 4를 통해 확인되는 바와 같이, 모든 실시예에서 99.99%의 항균력을 나타내었다.

[0157] [시험예 2]

[0159] [흡수성 시험]

[0161] 수용성 하이드로 화이버로 운드드레싱 샘플을 제작하여(5cm×5cm) 페트리디쉬에 놓고 무게(W₁)을 잰다. 37(±1) °C로 데워진 증류수를 ±0.5 g 까지 정확하게 측정된 후, 상기 시료의 흡수력을 고려하여 시료 무게의 40 배를 첨가한다.

[0162] 그리고 37(±1) °C 항온기에서 30 분 동안 방치한 후 핀셋을 이용해 운드드레싱 샘플을 30초간 매단 후 무게(W₂)를 측정하여 아래의 계산식을 이용하여 흡수량을 측정한다. 결과는 다음 표 5와 같다.

[0164]
$$\text{흡수량} = (W_2 - W_1/W_1) \times 100$$

[0165] 여기서, W₁ : 초기무게(g)

[0166] W₂ : 30분 후 운드드레싱 샘플 무게(g)

[0167] 흡수량 단위: %

표 5

구분	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4
W ₁ (g)	0.64	0.64	0.63	0.64
W ₂ (g)	12.94	10.90	12.4	11.52
흡수량(%)	1922	1603	1868	1700

[0171] [시험예 3]

[0173] [지혈 특성 시험]

[0175] 체중 250 ~ 300 g 사이의 흰쥐 9 마리를 실험하였다. A 군은 본 발명의 수용성 하이드로화이버(실시예 4)로 만들어진 운드드레싱을 실험군으로, B 군은 양성대조군으로 기존 폼형태의 드레싱제(메디폼)으로 C군은 음성대조군으로 기존에 시판중인 살균된 거즈를 사용하여 드레싱을 하였다.

[0176] 시험부위에 수술용 칼로 창상을 1.0×1.0(cm)크기로 내어 출혈을 시키고 각각 드레싱 1.5×1.5(cm)로 잘라 출혈 부위에 대고 덮은 뒤 200 g의 추를 올려 지혈되는 시간을 30 초, 60 초, 90 초, 90 초이상(실패)로 4가지 항목을 보았다. 각각 5 마리씩 실험을 하였다.(표 6)

표 6

구분	30 초	60 초	90 초	90 초 이상
A군(실험군)	1	3	1	0

B군(양성대조군)	1	3	1	0
C군(음성대조군)	0	1	1	3

[0180] 상기 표 5에서 확인되는 바와 같이, 90 초 이상은 실패로 보고 실험군은 지혈율 100 %, 양성대조군은 100 %, 음성대조군은 40 %의 결과가 나왔다.

[0181] 본 발명의 수용성 하이드로화이버 창상피복체는 혈액이 방출되면 신속히 겔을 형성하면서 혈액을 흡수하고 도포된 하이드로화이버의 겔화에 의한 신속한 막을 형성하여 키토산의 양이온이 적혈구 표면의 음이온과 결합되면서 신속하게 지혈되는 것으로 판단하였다.

산업상 이용가능성

[0183] 본 발명에 따른 수용성 하이드로화이버와, 이를 이용하여 제조된 운드드레싱은 급성, 만성 상처, 심각하게 훼손된 상처와 감염된 상처의 삼출물을 신속하게 흡수하고 습윤 환경을 유지하며 항균력, 신속한 지혈과 창상치유 상승효과를 갖는 고흡수성 외과용 드레싱제로서 산업상 이용가능성이 크다.

도면

도면1

