



등록특허 10-2183853



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년11월27일
(11) 등록번호 10-2183853
(24) 등록일자 2020년11월23일

(51) 국제특허분류 (Int. Cl.)
A01N 59/20 (2006.01) *A01N 25/10* (2006.01)
(52) CPC특허분류
A01N 59/20 (2013.01)
A01N 25/10 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-7003251
(22) 출원일자(국제) 2013년08월08일
심사청구일자 2018년08월08일
(85) 번역문제출일자 2015년02월06일
(65) 공개번호 10-2015-0083829
(43) 공개일자 2015년07월20일
(86) 국제출원번호 PCT/US2013/054040
(87) 국제공개번호 WO 2014/025949
국제공개일자 2014년02월13일
(30) 우선권주장
61/681,158 2012년08월09일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌
JP09012415 A*
KR1020070121690 A*
US06663877 B1*
JP2003335864 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

전체 청구항 수 : 총 3 항

심사관 : 방성철

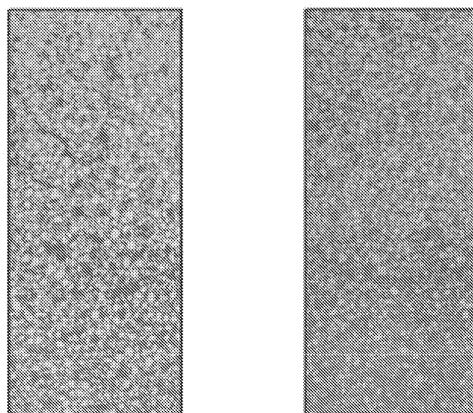
(54) 발명의 명칭 항균 고체 표면, 및 이를 제조하기 위한 처리법 및 방법

(57) 요 약

열경화성 및/또는 열가소성 수지 매트릭스 내의 항균성 비-아이소택틱 중합체계 경질 또는 반-가요성 표면이 제공되며, 이 때 활성 항균 성분은 산화구리이다. 이를 제조하는 방법 및 이의 용도 또한 기재되어 있다.

대 표 도 - 도1

산화제일구리 함침된 중합체 수지
(폴리에스터)



명세서

청구범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

열경화성 수지 및 그에 균일하게 분산된 산화구리 입자를 포함하는 복합 구조 고체 물질을 제조하기 위한 연속 주입(pour) 방법으로서,

알루미나 삼수화물 충전제를 산화구리와 잘 블렌딩될 때까지 혼합하여, 충전제-산화구리 블렌드를 형성시키는 단계;

충전제-산화구리 블렌드를 열경화성 수지 및 임의적으로는 안료와 단계적으로 후속 혼합하여, 산화구리 함유 블렌딩된 조성물을 제조하는 단계;

메틸 에틸 케톤 퍼옥사이드 촉매와 상기 산화구리 함유 블렌딩된 조성물을 단계적으로 후속 혼합하여, 중합가능한 복합 구조 물질을 제조하는 단계;

상기 중합가능한 복합 구조 물질을 주형(mold)에 배치시키는 단계; 및

상기 중합가능한 복합 구조 물질을 중합시키기 위한 조건을 제공함으로써 복합 구조 고체 물질을 제조하는 단계를 포함하고, 이때

상기 산화구리가 15 내지 50% w/w의 농도로 존재하고, 상기 산화구리 입자의 일부가 표면 노출되고, 상기 충전제 물질이 전체 조성물의 10 내지 75중량%를 구성하는, 방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 산화구리 입자가 5 내지 20 μm 의 크기를 갖는, 방법.

청구항 8

제 6 항에 있어서,

상기 산화구리 분말 및 촉매를 함유하는 상기 중합체 수지 혼합물을 시트로 캐스팅하는 단계를 추가로 포함하거나, 또는

입축 성형 공정을 이용하여 산화구리 분말과 촉매를 함유하는 상기 중합체 수지 혼합물을 캐스팅하는 단계를 추가로 포함하거나, 또는

압출 공정을 이용하여 산화구리 분말과 촉매를 함유하는 상기 중합체 수지 혼합물을 캐스팅하는 단계를 추가로 포함하거나, 또는

사출 성형 공정을 이용하여 상기 산화구리 분말과 촉매를 함유하는 상기 중합체 수지 혼합물을 캐스팅하는 단계를 추가로 포함하는, 방법.

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

청구항 19

삭제

청구항 20

삭제

청구항 21

삭제

청구항 22

삭제

청구항 23

삭제

청구항 24

삭제

청구항 25

삭제

청구항 26

삭제

청구항 27

삭제

청구항 28

삭제

청구항 29

삭제

청구항 30

삭제

청구항 31

삭제

청구항 32

삭제

청구항 33

삭제

청구항 34

삭제

청구항 35

삭제

청구항 36

삭제

청구항 37

삭제

청구항 38

삭제

청구항 39

삭제

청구항 40

삭제

청구항 41

삭제

청구항 42

삭제

청구항 43

삭제

청구항 44

삭제

청구항 45

삭제

청구항 46

삭제

청구항 47

삭제

청구항 48

삭제

청구항 49

삭제

청구항 50

삭제

청구항 51

삭제

청구항 52

삭제

청구항 53

삭제

청구항 54

삭제

청구항 55

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 항균, 항진균, 항바이러스 및 살포자(sporicidal) 특성을 부여하는 중합체 고체 패널 및 슬래브(slab) 가공 및 중합체 수지 처리법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 미생물(세균, 진균, 바이러스 및 포자)은 우리들의 일상생활의 일부이며, 거의 모든 경질 표면에 존재한다. 세균, 진균, 바이러스 및 포자는 특히 소량의 수분만 있어도 다양한 기간동안 대부분의 경질 표면에서 없어지지 않고 지속되기 때문에, 이러한 표면은 병원소(reservoir of infection)가 되고, 이 표면과 접촉하는 숙주로의 전염이 이루어질 수 있다. 표면이 항균제로 특수하게 처리되지 않는 한, 특히 표면이 습윤 상태인 경우 세균, 진균 및 바이러스는 경질 표면에서의 존재를 확립할 가능성이 있다. 이러한 표면은 병원성 미생물이 숙주 내로 침입하도록 하는데, 이는 이환율 및 사망률에 부정적으로 영향을 끼칠 수 있다.

[0003] 고체 표면 상에 존재하는 미생물로의 접촉 노출을 근절하거나 감소시키기 위한 한 가지 수단은 고체 표면 내에 또는 고체 표면 상에 항균 화합물을 혼입시키는 것이다. 산화구리 같은 구리 이온 방출 화합물은 매우 효과적인 살균제인 것으로 알려져 있고, 세균, 진균 및 바이러스에 대해 매우 효과적인 것으로 입증되었다[개베이(Gabbay) 등, (2002) The FASEB Journal express article 10.1096/jf.04-2029fje. 2004년 9월 2일에 온라인으로 발간됨].

[0004] 대부분의 경우, 중합체에 혼입될 수 있는 금속 산화물의 양은, 고체 표면 중합체 패널 및 슬래브 물질의 형성에 필요한 가교결합 및 화학적 결합 메카니즘 중단에서의 금속 산화물의 방해 특성 때문에, 제한된다(US 2004/0247653 호). 항균 활성이 산화구리로딩에 비례하기 때문에, 이러한 제한은 산화구리 함유 항균 경질 표면 물질의 실제 개발에 영향을 끼친다.

[0005] 구리 및 그의 합금으로 제조된 카운터 상판은 문헌["Sustained Reduction of Microbial Burden on Common Hospital Surfaces through Introduction of Copper"; 슈미트(Michael G Schmidt), 애터웨이(Hubert H Attaway), 샤프(Peter A Sharpe), 존(Joseph John Jr), 셉코비츠(Kent A Sepkowitz), 모건(Andrew Morgan), 페어리(Sarah E Fairey), 싱(Susan Singh), 스티드(Lisa L Steed), 캔티(J Robert Cantey), 프리맨(Katherine D Freeman), 미첼스(Harold T Michels) 및 살가도(Cassandra D Salgado), J. Clin-Microbiol 2012년 7월 vol. 50 no. 7, 2217-2223, 2012년 5월 2일 발간, doi: 10.1128/JCM.01032-12]에서 증명된 바와 같이 카운터 상판의 경질 표면 상에서의 미생물 양을 제어하는데 효과적이다.

[0006] 그러나, 구리 및 그의 합금은 비싸고, 이들의 혼입의 실현성은 기술적으로 어렵고 비싸다. 또한, 많은 경우, 금속 경질 표면은 흔히 산화로 인해 녹이 슬 뿐만 아니라 심미적으로 유지하기가 어렵기 때문에 매력적일 수 없다.

[0007] 이온성 살균 메카니즘의 효과는 잘 문서화되어 있다. 산화구리는 효과적인 항균제인 것으로 입증되었다 [Current Medicinal Chemistry, 2005, 12, 2163-2175 2163 0929-8673/05 2005 Bentham Science Publishers Ltd. "Copper as a Biocidal Tool" 볼코우(Gadi Borkow)^{*} 및 개베이(Jeffrey Gabbay)].

[0008] 복합 구조 고체 물질 내에서의 구리의 혼입이 이 물질에 항균 활성을 부여한다는 것은 이미 알려져 있지만, 특히 산화구리가 효과적인 항균제라는 것이 공지되어 있기는 하지만, 현재까지의 복합 구조 고체 물질은 이러한 물질 내에 구리-함유 입자를 10% w/w보다 많이 로딩할 수 없다는 점에서 제한되어 있다.

발명의 내용

[0009] 본 발명은 산화구리가 다량 로딩된 복합 구조 고체 물질(이는 살생물성임)을 제공한다.

[0010] 본 발명은 일부 실시양태에서 높은 구리 화합물 로딩, 및 제품에 심미적인 외관을 유지하고 살생물 특성의 이점

을 취하는 제품을 제조하기 위한 가공성을 갖는 제품 강도를 유지하면서 합성에 의해 형성되는 경질 표면 상에 매우 효과적인 항균 성능을 부여하기 위하여 이들을 혼입시키는 시스템을 제공한다. 살생물 효능과 로딩 수준 사이에 직접적인 관계가 있지만 높은 로딩 수준이 제품 품질에 부정적으로 영향을 끼칠 수 있기 때문에, 놀랍게도 이들 모순되는 발견은 극복되었고, 구조적 일체성 및 적절하게 충족되는 외관을 갖는 제품에 높은 첨가 수준의 구리 입자를 혼입시키는 제품 및 방법이 제공된다.

[0011] 일부 실시양태에서, 본 발명은 중합체 수지 및 그에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리 입자를 포함하고 임의적으로 충전제 물질을 추가로 포함하는 복합 구조 고체 물질을 제공하는데, 이 때 상기 산화구리는 10% 내지 50% w/w의 농도로 존재하고, 상기 산화구리 입자의 일부는 표면 노출된다.

[0012] 몇몇 실시양태에서, 본 발명은 본원에 기재되는 복합 구조 고체 물질을 포함하는 최종 마무리된(finished) 제품을 제공한다.

[0013] 일부 실시양태에서, 본 발명은 구조 적층체 내로 혼입될 수 있거나, 표면 상으로 분무될 수 있거나 도포될 수 있고 경화되어 항균 표면을 제공하는 본원에 기재되는 복합 구조 액체 결합 물질을 포함하는 최종 마무리된 제품을 제공한다.

[0014] 일부 실시양태에서, 본 발명은 중합체 수지, 충전제 및 임의적으로는 안료를 혼합하는 단계; 상기 중합체 수지, 충전제 및 임의적으로는 상기 안료의 혼합물과 촉매를 혼합하는 단계; 산화구리 또는 산화구리 함유 조성물을 상기 중합체 수지, 충전제 및 임의적으로는 상기 안료의 상기 혼합물에 촉매와 동시에 혼합하거나, 또는 산화구리 또는 산화구리 함유 조성물을 상기 중합체 수지, 충전제 및 임의적으로는 상기 안료의 상기 혼합물 및 상기 촉매와 단계적으로 혼합하여, 중합가능한 복합 구조 물질을 제조하는 단계; 상기 중합가능한 복합 구조 물질을 주형에 배치시키는 단계; 및 상기 중합가능한 복합 구조 물질을 중합시키기 위한 조건을 제공함으로써 복합 구조 고체 물질을 제조하는 단계를 포함하는, 중합체 수지 및 그에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리 입자를 포함하는 복합 구조 고체 물질을 제조하기 위한 회분식 혼합 공정을 제공한다.

몇몇 실시양태에서, 본 발명은 중합체 수지 또는 충전제를 산화구리와 잘 블렌딩될 때까지 혼합하여, 수지-산화구리 페이스트 또는 충전제-산화구리 블렌드를 형성시키는 단계; 상기 수지-산화구리 페이스트 또는 충전제-산화구리 블렌드를 각각 충전제 또는 수지 및 임의적으로는 안료와 단계적으로 후속 혼합하여, 산화구리 함유 블렌딩된 조성물을 제조하는 단계; 상기 산화구리 함유 블렌딩된 조성물과 촉매를 단계적으로 후속 혼합하여, 중합가능한 복합 구조 물질을 형성하는 단계; 상기 중합가능한 복합 구조 물질을 주형에 배치시키는 단계; 및 상기 중합가능한 복합 구조 물질을 중합시키기 위한 조건을 제공함으로써 복합 구조 고체 물질을 제조하는 단계를 포함하는, 중합체 수지 및 그에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리 입자를 포함하는 복합 구조 고체 물질을 제조하기 위한 연속 주입 공정을 제공한다.

[0016] 일부 실시양태에서, 본 발명은 본원에 기재된 방법에 의해 제조되는 복합 구조 고체 물질을 제공한다.

[0017] 일부 실시양태에서, 본 발명은 분산된 산화구리를 함유하는 복합 구조 고체 물질을 제조함을 포함하는, 복합 구조 고체 물질에 항균 활성을 부여하는 방법을 제공하며, 이 때 상기 산화구리는 10 내지 50% w/w의 농도로 존재하고, 상기 산화구리 입자의 일부는 표면 노출된다.

도면의 간단한 설명

[0018] 도 1은 산화구리, 폴리에스터 및 아크릴 수지 블렌드, 및 두 가지 상이한 안료를 함유하는 두 가지의 구체화된 복합 구조 고체 물질의 사진이다.

도 2는 본 발명의 구체화된 복합 구조 고체 물질의 살생물 활성을 도시한다. 도 2A는 그램 양성 세균, 그램 음성 세균 및 진균 활성에 대한 본 발명의 구체화된 복합 구조 고체 물질의 항균 활성을 도시한다. 도 2B는 클로스트리듐 디피실레(*C. difficile*) 포자에 대한 본 발명의 구체화된 복합 구조 고체 물질의 살포자 활성을 보여준다. 도 2C는 본 발명의 다른 구체화된 복합 구조 고체 물질의 항균 활성을 보여준다.

도 3은 본 발명의 구체화된 복합 구조 고체 물질을 생성시키기 위한 구체화된 방법의 블록 다이어그램이다. 이 도면에 기재된 양태에 따라, 중합체 수지, 산화제일구리, 산화제이구리 또는 이들의 조합 및 안료를 함유하는 마스터배치를 제조한다. 물질을 블렌딩하고 고온에서 압출시켜, 그의 산화구리 농도가 확인된 마스터배치 펠렛을 생성시킨다. 산화구리를 함유하는 중합체 수지의 펠렛을 사이징하고 분류한 다음 촉매 및 추가의 유기 및

무기 안료와 함께 중합체 수지에 첨가한다. 이 단계에서 산화구리는 분말 또는 마스터배치 펠렛 또는 이 둘의 조합으로서 중합체 수지 및 촉매에 포함될 수 있다. 이들 물질을 임의적으로는 진공에서 가압하에 혼합하고, 이어 혼합물을 경질 표면으로 압출, 성형 및 캐스팅한 후, 20 내지 90°C에서 경화시킨다. 이어, 경질 표면을 조성 및 색상에 대해 시험한 다음, 40 내지 220 그릿에서의 습식 샌딩 공정을 이용하여 최종 마무리 및 연마하고, 중합체 고체 패널을 생성시킨다.

도 4A, 도 4B, 도 4C 및 도 4D는 본 발명의 구체화된 복합 고체 물질 전체에 걸친 구리 입자의 실질적으로 균일한 분포를 도시하는 일련의 주사 전자 현미경 사진이다. 도 4A 및 도 4B는 본 발명의 구체화된 복합 고체 물질의 상부 표면의 대표적인 이미지를 보여주고, 도 4C 및 도 4D는 본 발명의 구체화된 복합 고체 물질의 바닥 표면의 대표적인 이미지를 보여준다. 도 4E는 현미경 사진에서 보이는 입자가 구리 입자임을 확인시켜주는 EDS 결과를 제공한다.

도 5는 본 발명의 구체화된 연속 주입 공정을 기재하는 블록 다이어그램이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019]

놀랍게도, 본원에서 보여지는 바와 같이, 복합 구조 고체 물질을 생성시키는 방법은, 1. 중합체 수지와 안료를 혼합하고; 2. 촉매를 첨가하고; 3. 충전제 및 산화구리-함유 PET 마스터배치를 첨가하거나; 4. 산화구리 분말을 첨가하거나; 5. 산화구리-함유 PET 마스터배치 및 산화구리 분말 둘 다를 첨가하고; 6. 생성된 혼합물을 주형 내로 캐스팅함을 포함한다.

[0020]

복합 구조 고체 물질을 생성시키는 본 발명의 방법은 물질이 그의 구조적 일체성, 예를 들면 경도 또는 질감의 균일성을 희생하지 않고도 10% w/w보다 높은 향상된 산화구리 로딩을 나타낸다는 것을 그 특징으로 한다.

[0021]

본원에서 입증되는 바와 같이, 본 발명의 몇몇 구체화된 방법 및 복합 물질에 따라, 이러한 물질 또는 이에 의해 생성되는 물질은 신속하고 효과적인 살미생물 활성을 나타내었으며, 이는 세균 및 진균(포자 포함), 및 바이러스를 비롯한 다수의 미생물에 대해 사용된다. 실제로, 본원에서 입증되는 바와 같이, 아래 본원에 기재되는 실시예에 따라 제조된 고체 물질을 도 2에 도시된 바와 같이 그램-양성 세균, 그램-음성 세균 및 진균류와 접촉 시켰을 때, 2시간 이내에 미생물 계수에서 99.9%의 감소가 입증되었고, 24시간 내에 포자 계수에서 90%의 감소가 입증되었다.

[0022]

그러므로, 본 발명은 고체 물질 내에서의 구리 로딩을 높이는 방법 및 구리 로딩이 높은 제품을 제공한다. 따라서, 본 발명의 목적은 본원에 기재되는 바와 같이 산화구리 및 구리 화합물을 로딩이 높은 복합 구조 고체 물질을 제공하는 것이다.

[0023]

일부 실시양태에서, 본 발명은 중합체 수지 및 그에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리를 포함하고 임의적으로는 충전제 물질을 추가로 포함하는 복합 구조 고체 물질을 제공하는데, 이 때 상기 산화구리는 10% 내지 50% w/w의 농도로 존재하고, 상기 산화구리 입자의 일부는 표면 노출된다.

[0024]

몇몇 실시양태에서, 본 발명은 중합체 수지 및 그에 실질적으로 균일하게 분산된 구리 입자 함유 화합물을 포함하고 임의적으로는 충전제 물질을 추가로 포함하는 복합 구조 고체 물질을 제공하는데, 이 때 상기 구리 입자 함유 화합물은 10% 내지 50% w/w의 농도로 존재하고, 상기 구리 입자의 일부는 표면 노출된다.

[0025]

몇몇 실시양태에서, 이러한 구리 입자 함유 화합물은 요오드화구리, 티오시안산구리를 포함할 수 있고, 몇몇 실시양태에서 이러한 방법 및 그에 의해 생성되는 물질은 본원에 기재되는 구리-함유 마스터배치를 사용할 수 있다. 일부 실시양태에서, 마스터배치는 본원에 참고로 인용되는 국제 특허 공개 WO 2006/100665 호에 기재된 바와 같은 물질로 제조/구성된다. 일부 실시양태에서, 구리 함유 화합물은 당 업자가 알게 되는 바와 같이 구리 염, 예를 들어 염화구리, 플루오르화구리, 황산구리 등을 포함한다.

[0026]

일부 실시양태에서, 본 발명은 본원에 기재되는 복합 구조 고체 물질을 포함하는 최종 마무리된 제품을 제공한다.

[0027]

일부 실시양태에서, 본 발명은 구조 적층체 중으로 혼입되거나, 표면 상으로 분무 또는 도포될 수 있고 경화되어 항균 표면을 제공하는 본원에 기재된 복합 구조 액체 결합 물질을 포함하는 최종 마무리된 제품을 제공한다.

[0028]

일부 실시양태에서, 복합 구조 고체 물질은 인조 또는 합성 대리석이다. 일부 실시양태에서, 용어 '인조 또는 합성 대리석'은 통상 체굴, 절단 및 연마된 대리석으로 제조되는 표면을 대체할 수 있는, 건축물에 사용되는 물질을 가리킨다. 이 용어는 특히 경질 표면이 바람직한 세팅에 사용하기 위한 임의의 고체 표면을 포함하는 것

으로 이해되어야 한다.

- [0029] 일부 실시양태에서, 본원에 기재된 인조 대리석을 비롯한 본 발명의 복합 구조 고체 물질은 대리석, 오닉스 및 다른 고체 표면 물질 석영 마무리재 및 인조석을 포함하며, 이는 몇몇 실시양태에서 충전제를 추가로 포함할 수 있는 수지 매트릭스의 일부로서 존재한다.
- [0030] 일부 실시양태에서, 본원에서 구체화되는 인조 대리석(cultured marble)의 사용은 충전된 불포화 폴리에스터의 기판 상에서의 충전되지 않은 불포화 폴리에스터의 젤 코팅의 사용을 포함한다. 일부 실시양태에서 충전제는 당 업자가 알게 되는 바와 같이 탄산칼슘 또는 유사한 물질을 포함할 수 있다.
- [0031] 일부 실시양태에서, 본원에서 구체화되는 오닉스의 사용은 충전된 불포화 폴리에스터의 기판 상에서의 충전되지 않은 불포화 폴리에스터의 젤 코팅의 사용을 포함한다. 일부 실시양태에서 충전제는 알루미나 삼수화물을 포함할 수 있다.
- [0032] 몇몇 실시양태에서, 본 발명의 복합 구조 고체 물질은 충전된 수지 물질을 포함할 수 있고, 몇몇 실시양태에서는 인조 대리석 또는 오닉스와는 달리 젤 코팅을 포함하지 않을 수 있다.
- [0033] 일부 실시양태에서, 본 발명의 복합 구조 고체 물질은 고체 표면 코리안(Corian)® 물질[이. 아이. 듀퐁 드 네모아 앤드 캄파니(E. I. du Pont de Nemours and Company), 멜라웨어주 월밍تون]을 사용할 수 있으며, 이 물질은 알루미나 삼수화물이 충전된 아크릴 매트릭스를 포함하며, 이는 >10% 내지 50% w/w의 농도로 매트릭스에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리 입자를 혼입하도록 본원에 기재된 바와 같이 추가로 개질되며, 이 때 상기 산화구리 입자중 일부는 표면 노출된다.
- [0034] 일부 실시양태에서, 본 발명의 복합 구조 고체 물질은 사일스톤(Silestone), 시저스톤(Ceasarstone) 또는 조디악(Zodiaq)® 물질(이. 아이 듀퐁 드 네모아 앤드 캄파니, 멜라웨어주 월밍تون)을 사용할 수 있으며, 이는 석영 또는 다른 유사한 충전제로 충전된 불포화 폴리에스터 매트릭스를 포함하고, 이는 10% 내지 50% w/w의 농도로 매트릭스에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리 입자를 혼입하도록 본원에 기재된 바와 같이 추가로 개질되며, 이 때 상기 산화구리 입자의 일부는 표면 노출된다.
- [0035] 본 발명의 복합 구조 고체 물질은 일부 실시양태에서 중합체 수지를 포함한다.
- [0036] 몇몇 실시양태에서, 수지는 아크릴기 단량체 용액 및 주성분으로서의 아크릴기 단량체와 공중합하기 위한 비닐 단량체를 함유하는 혼합 단량체 용액의 군으로부터 선택되는 물질에 용해된 아크릴기 중합체를 포함하는 시럽으로부터 제조되고, 충전제는 알루미나 삼수화물이며, 항균제는 산화구리를 포함한다.
- [0037] 몇몇 실시양태에서, 복합 구조 고체 물질은 본원에서 "수지 매트릭스" 또는 "매트릭스"와 동의어로 일컬어질 수 있다. 본원에 사용되는 용어 "매트릭스"는 충전체 및 다른 첨가제가 분산될 수 있는 중합체 수지 성분을 인용함을 포함하는 것으로 이해된다.
- [0038] 일부 실시양태에서, 구체화된 수지 매트릭스의 본 발명의 중합체 수지는 열가소성 수지, 열경화성 수지 및 이들의 조합을 포함한다.
- [0039] 일부 실시양태에서, 열가소성 수지는 당 업계에 공지되어 있고 구체화된 용도에 적절한 임의의 열가소성 수지를 포함할 수 있으며, 예를 들어(한정하지 않음) 이러한 열가소성 수지는 올레핀(예컨대, 저밀도 및 고밀도 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌), 다이엔(예컨대, 폴리부타다이엔 및 네오프렌 엘라스토머), 비닐 중합체(예를 들어, 폴리스타이렌, 아크릴 및 폴리비닐 클로라이드), 플루오로 중합체(예를 들어, 폴리테트라플루오로에틸렌) 및 헤테로쇄 중합체(예를 들어, 폴리아마이드, 폴리에스터, 폴리우레탄, 폴리에터, 폴리아세탈 및 폴리카보네이트)를 포함할 수 있다. 열경화성 수지는 폐놀 수지, 아미노 수지, 불포화 폴리에스터 수지, 에폭시 수지, 폴리우레탄 및 실리콘 중합체, ABS, SAN, ASA를 포함한다.
- [0040] 일부 실시양태에서, 에폭시 수지는 당 업계에 공지되어 있고 구체화된 용도에 적절한 임의의 에폭시 수지를 포함할 수 있으며, 예를 들어(한정하지 않음) 이러한 에폭시 수지는 비스페놀 유형 A, 비스페놀 유형 F, 폐놀 노볼락 유형, 지환족 에폭시, 할로겐화된 에폭시 및 지환족 에폭시 수지를 포함할 수 있다.
- [0041] 일부 실시양태에서, 중합체 수지는 불포화 폴리에스터 수지를 포함할 수 있고, 이는 다시 반응성이 탄소 원자에서의 이중 또는 삼중 결합의 존재에 기초함을 그 특징으로 하는 불포화 폴리에스터 수지를 포함할 수 있다. 현블렌드중 약 5중량%의 비율로 폴리에스터 수지에 첨가되는 아크릴 성분은 또한 폴리스타이렌, 메틸메타크릴레이트(MMA) 또는 폴리(스타이렌)/MMA의 조합을 포함한다.

- [0042] 일부 실시양태에서, 중합체 수지는 첨가제가 공급되는 본원에 기재되는 임의의 수지를 포함할 수 있으며, 예를 들면 수지의 단량체 단위와 촉매의 경화/가교결합에 기여하는 첨가제를 혼입시켜 이에 영향을 끼칠 수 있다.
- [0043] 일부 실시양태에서, 본 발명은 제로-렝쓰(zero-length) 촉매의 사용을 고려하거나, 또는 일부 실시양태에서 촉매는 제로-렝쓰가 아니고 본 발명의 중합체 매트릭스의 일부로서 간주되어야 한다.
- [0044] 일부 실시양태에서, 중합체 수지는 아크릴 수지를 포함할 수 있고, 이는 다시 임의의 공지 아크릴 수지를 포함할 수 있으며, 이의 비제한적인 예는 다양한 종류의 종래의 아크릴기 단량체, 아크릴기 부분 중합체, 아크릴기 단량체 외의 공중합을 위한 비닐 단량체 또는 부분 중합체를 포함한다. 몇몇 실시양태에서, 이러한 아크릴 중합체는 (메트)아크릴 에스터일 수 있다. 본원에 사용되는 "(메트)아크릴"은 "아크릴 및/또는 메타크릴"을 의미하는 것으로 생각된다. (메트)아크릴 에스터의 예는 메틸(메트)아크릴 에스터, 에틸 (메트)아크릴 에스터, 벤질(메트)아크릴 에스터, 글라이시딜(메트)아크릴 에스터를 포함한다.
- [0045] 일부 실시양태에서, 아크릴 수지는 코리안® 같은 고체 표면을 포함할 수 있는데, 이는 본원에 기재된 바와 같이 ATH 충전제와 함께 폴리(메틸 메타크릴레이트)(PMMA) 수지를 포함하며, 일부 실시양태에서 본 발명의 중합체 수지는 조디악® 물질 같은 석영 표면을 포함할 수 있는데, 이는 석영 또는 다른 실리카 충전제와 함께 불포화 폴리에스터(UPE) 수지를 포함한다. 일부 실시양태에서, 이 양태에 따른 중합체 수지를 포함하는 복합 구조 고체 물질은 안료, 미립자 형태의 분쇄 재생 물질 및 본원에 참고로 인용되는 미국 특허 제 3,847,865 호 및 제 4,085,246 호에 개시되어 있는 다른 첨가제를 추가로 함유한다.
- [0046] 일부 실시양태에서, 본 발명의 복합 구조 고체 물질은 충전제를 추가로 포함할 수 있고, 이는 다시 당 업자가 알게 되는 바와 같이 임의의 공지의 적절한 충전제 물질을 포함할 수 있다. 이러한 충전제 물질의 비제한적인 예는 당 업자가 알게 되는 바와 같이 석영, 석영 분말, 실리카 분말, 돌 분말, 파쇄된 유리 조각, 탄산칼슘, 활석, 알루미늄 삼수화물 및 건식 실리카(fumed silica) 및 유기-점토 같은 요변성제 등을 포함할 수 있다. 일부 실시양태에서, 본 발명의 복합 구조 고체 물질 내에 혼입되는 충전제 대 중합체 수지의 양은 당 업자가 알게 되는 바와 같이 생성되는 물질의 특정 용도에 적절한 양이다.
- [0047] 일부 실시양태에서, 중합체 수지는 에폭시, 아크릴 또는 폴리에스터 수지를 포함하고, 몇몇 실시양태에서 중합체 수지는 열가소성 수지, 열경화성 수지 또는 이들의 조합을 포함한다. 몇몇 실시양태에서, 복합 구조 고체 물질은 탄산칼슘, 대리석, 화강암, 석영, 장석, 대리석 및 규암, 및 이들의 혼합물을 추가로 포함한다.
- [0048] 몇몇 실시양태에서, 복합 구조 고체 물질은 본원에 기재된 바와 같이 충전제 물질을 추가로 포함하며, 이 충전제 물질은 건식 실리카, 모래, 점토, 플라이 애쉬(fly ash), 시멘트, 파쇄된 세라믹, 운모, 실리케이트 박편, 파쇄된 유리, 유리 비드, 유리구, 거울 파편, 강 그릿(grit), 알루미늄 그릿, 카바이드, 플라스틱 비드, 펠렛화된 고무, 분쇄된 중합체 복합체, 목재 침, 텁밥, 종이 적층체, 안료, 착색제 및 이들의 혼합물을 포함한다.
- [0049] 일부 실시양태에서, ATH 충전제는 전체 조성물의 10 내지 30중량%를 구성한다.
- [0050] 몇몇 실시양태에서, 압축 방법(매우 경질인 물질)용 ATH 및/또는 석영(실리카) 분진은 20 내지 70%를 구성한다.
- [0051] 몇몇 실시양태에서, 중점제(건식 실리카)는 분무/도포 용도에서 약 5% 내지 30%이다.
- [0052] 본 발명의 복합 구조 고체 물질은 10 내지 50% w/w의 농도로 존재하는, 그에 실질적으로 균일하게 분산된 산화 구리 입자를 포함한다.
- [0053] 본 양태에 따라, 또한 일부 실시양태에서, 상기 산화구리 입자의 일부는 표면 노출된다.
- [0054] 일부 실시양태에서, 본 발명의 복합 구조 고체 물질의 제조 방법의 함수로서, 산화구리 입자는 실리케이트 분말, PMMA, 폴리에스터 왁스 또는 다른 캡슐화 물질의 전처리로 인해 산화구리 입자가 본 발명의 복합 구조 고체 물질의 제조에 사용되는 슬러리 제조에서의 화합물과 어떠한 화학적 상호작용도 거치지 않는 방식으로 혼입된다.
- [0055] 이 양태에 따라, 또한 몇몇 실시양태에서, 산화구리 입자는 본원에 기재되는 수지 매트릭스에 균일하게 분산된다.
- [0056] 일부 실시양태에서, 항균 산화구리 입자의 균일한 분산은 고체 표면 중합체 패널 물질의 표면에서만이 아니라 본 발명의 고체 표면 중합체 패널 물질 전체에 걸쳐 균일한 살생물 또는 정균 작용을 부여한다.
- [0057] 몇몇 실시양태에서, 이 양태에 따라, 고체 물질 전체에 이렇게 균일하게 분포되는 항균 특징은, 예컨대 최상 총

의 하나 이상의 표면을 다른 표면 처리된 물질로 문지름으로써 시간 경과에 따라 사용에 수반되어 도입되는 본 발명의 선택된 고체 표면 중합체 패널 물질 중 일부에서의 표면 감염이 더 이상 항균 활성을 그 특징으로 하지 않는 표면을 생성시키는 경우에, 특히 유용하다. 본 발명의 이 양태에 따라, 산화구리 입자가 균일하게 분포되어 고체 물질 전체에 분산된다는 사실이 효과적인 항균 활성을 여전히 그 특징으로 하는 신규의 깨끗한 노출된 표면을 제공하면서 하나 이상의 표면 층을 제거할 수 있도록 한다.

[0058] 일부 실시양태에서, 산화구리 입자는 복합 구조 고체 물질에 항균 활성을 부여하는 양으로 존재하여, 미생물 종과 접촉할 때 물질의 노출된 표면 상에서 이러한 활성이 용이하게 결정되도록 한다.

[0059] 몇몇 실시양태에서, 이러한 항균 효율은 예를 들어 본원에 기재되는 "항균 경질 표면 시험" 및 "항균 경질 표면 와이프 시험"으로 수득되는 결과를 통해 입증되는 바와 같이 본 발명의 복합 구조 고체 물질에 노출된지 2시간 내에 미생물 개체수의 3-로그 감소를 제공할 수 있거나, 또는 예를 들어 포자 계수의 90% 이상의 감소를 제공할 수 있는 항균 또는 정균 활성을 제공할 수 있다.

[0060] 임의의 이론에 얹매이지 않으면서, 이 양태에 따라, 본원에 기재되는 물질 내에 혼입되는 산화구리 입자에 의해 부여되는 항균 효능은 노출된 환경 중으로의 구리 이온의 방출 때문일 수 있다. 바람직한 효능 방식은 물 또는 증기 가교를 통하는 것이지만, 놀랍게도 건조 표면인 경우에도 미생물 자체 내의 수분 때문에 효능이 있을 수 있다.

[0061] 몇몇 실시양태에서, 산화구리 입자는 약 0.1 내지 약 20 μ 의 크기를 갖고, 일부 실시양태에서 산화구리 입자는 약 1 내지 약 20 μ 의 크기를 갖고, 일부 실시양태에서 산화구리 입자는 약 5 내지 약 20 μ 의 크기를 가지며, 일부 실시양태에서 산화구리 입자는 약 5 내지 약 10 μ 의 크기를 갖고 고화된 물질을 형성한 후에도 동일한 크기로 유지된다.

[0062] 일부 실시양태에서, 본 발명의 "복합 구조 고체 물질"은 유기 중합체 매트릭스에 분산된 미분된 무기 총전체의 비-다공성 복합체를 포함한다. 몇몇 실시양태에서, 용어 "유기 중합체 매트릭스"는 수지 "매트릭스"와 동의어이다.

[0063] 일부 실시양태에서, 본 발명은 본원에 기재되는 복합 구조 고체 물질을 포함하는 최종 마무리된 제품을 제공한다.

[0064] 일부 실시양태에서, 이러한 최종 마무리된 제품은 테이블 상판, 카운터 상판, 건축용 외장재 및 몰딩, 통로, 가정용 비품, 파티오 가구, 병원 가구, 병원 침상 부품, 핸들, 장식용 돌, 옥내 및 옥외 타일, 바닥재, 맨틀; 클래딩 시트 및 장식용 마무리재(도료)인 벽 외장재; 욕실 비품; 캐스팅 및 성형 구조물인 인조 돌 구조물; 및 복합 구조 고체 물질의 혼입이 적절한 다른 관련 물질을 포함할 수 있다.

[0065] 일부 실시양태에서, 몇몇 구체화된 최종 마무리된 제품은 욕실 배너티(vanity) 상판, 씽크, 샤워 선반, 바닥 팬, 벽 패널 및 트림 피스(trim piece), 및 부엌 카운터 상판 및 바닥 타일, 뿐만 아니라 다른 기능성 및/또는 장식용 표면을 포함할 수 있다. 몇몇 실시양태에서, 일부 구체화된 최종 마무리된 제품은 가구, 라이닝 재료 및 문구류 소품을 포함할 수 있다. 일부 실시양태에서, 몇몇 구체화된 최종 마무리된 제품은 병원성 미생물로의 노출 빈도가 더 클 수 있는 건강 관련 환경에서의 임의의 표면을 포함할 수 있다. 이 양태에 따라, 또한 일부 실시양태에서, 몇몇 구체화된 최종 마무리된 제품은 병원, 호스피스, 양로원, 내과의 또는 다른 건강 치료 사무실, 및 상업용 및 주택의 음식 제조 설비에서 마주치게 되는 임의의 표면을 포함할 수 있다.

[0066] 몇몇 실시양태에서, 몇몇 구체화된 최종 마무리된 제품은 욕실 설비 같은 개인 위생을 확립하기 위한 체제의 일부로서 접촉할 수 있는 임의의 표면을 포함할 수 있다.

[0067] 일부 실시양태에서, 본 발명의 최종 마무리된 제품은 예를 들어 욕실 배너티 상판, 씽크, 바닥 타일, 샤워 선반 및 부엌 카운터 상판 같은 건축 제품으로서 사용되는 것들과 같은 장식용 고체 표면에 유용한 물질을 포함한다. 가구, 위생 용도, 라이닝 재료, 및 사무실 집기 및 상점 비품 같은 다양한 제품 뿐만 아니라 복합 구조 고체 물질의 매우 얇은 코팅을 포함하는 적층체 또는 다른 물질도 구체화된 최종 마무리된 물질일 수 있다.

[0068] 일부 실시양태에서, 이러한 최종 마무리된 제품은 또한 가정 욕실, 공중 화장실, 수영장 구역, 기숙사, 경기장 및 체육 설비에서의 표면: 씽크, 카운터 상판, 샤워 칸막이 및 수전, 바닥 타일 및 사용 동안 습윤되는 다른 벽에서의 표면도 포함할 수 있다. 일부 실시양태에서, 이러한 최종 마무리된 제품은 또한 병원, 클리닉, 의료용 자동차, 및 양로원 같은 의료 보호 설비에서의 표면도 포함할 수 있으며, 본 발명은 예를 들어 병실, 세탁실, 오염된 린넨 구역, 스텝 및 방문자 구역, 집중 치료 및 관상 치료실과 통로에서의 카운터 상판, 씽크, 샤워 칸

막이 및 수전, 바닥 타일, 및 더러움 방지 판용 표면의 형태로 항균 보호를 제공한다.

[0069] 본 발명의 최종 마무리된 제품 및/또는 복합 구조 고체 물질은 또한 이들과 직접 및 간접적인 식품 접촉이 있는 곳에서 항균 보호를 제공하는데 사용될 수 있다. 몇몇 예는, 부엌에서의 카운터 상판, 쟁크, 더러움 방지 판, 바닥재 및 테이블 상판; 식당 및 패스트 푸드점에서의 테이블 상판, 샐러드 바 카운터 및 가림판, 식품 포장 구역, 더러운 접시 구역, 및 설거지 및 건조 구역; 영양이 과도하지 않은 도축장의 특정 구역; 캔 포장, 동결, 적색육 팩킹, 및 빵 및 페이스트리 제조 설비에서의 테이블, 카운터 상판, 바닥재 및 더러운 방지 구역; 및 식료품 및 신선 식품 카운터 상판, 디스플레이 및 식료품 가게에서의 다른 비품이다.

[0070] 몇몇 실시양태에서, 본 발명의 복합 구조 고체 물질은 가정, 의료 서비스 및 식품 제조 환경에서 만나게 되는 다수의 통상적인 유해 미생물을 억제 및 파괴하는데 유용하다. 예컨대 이러한 환경이 습윤되거나 수분을 갖거나 또는 축축한 경우 이러한 환경에서 통상적으로 발견되는 미생물은 세균, 효모, 진균 및 바이러스를 포함한다. 예는 에스케리치아 콜라이(*Escherichia coli*), 칸디다 알비칸스(*Candida albicans*), 스타필로코커스 아우레우스(*Staphylococcus aureus*), 살모넬라 콜레라에수이스(*Salmonella choleraesuis*), 리스테리아 웨쉬메리(*Listeria weshimeri*) 및 클렙시엘라 뉴모니아(*Klebsiella pneumonia*)를 비롯한(이들로 국한되지는 않음) 다양한 그램 양성 및 그램 음성 세균, 진균 및 바이러스를 포함하지만, 이들로 한정되지는 않는다.

[0071] 일부 실시양태에서는, 복합 구조 고체 물질을 시트로 캐스팅한다. 일부 실시양태에서는, 압축 성형 공정을 이용하여 복합 구조 고체 물질을 캐스팅한다. 몇몇 실시양태에서는, 압출 공정을 이용하여 복합 구조 고체 물질을 캐스팅한다. 일부 실시양태에서는, 사출 성형 공정을 이용하여 복합 구조 고체 물질을 캐스팅한다.

[0072] 일부 실시양태에서는, 먼저 산화구리 분말이 궁극적으로 혼탁되어 있는 점성 혼합물로서 복합 구조 고체 물질을 제조하는데, 이는 분무 또는 도포될 때, 용매의 증발 후 분무/배합물이 도포된 표면 상에 경화된 고체 필름을 제공한다. 몇몇 실시양태에서는, 이러한 도포가 다층 필름을 생성시키는데, 이들 필름은 중합체 수지 및 그에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리 입자를 포함함을 그 특징으로 하고, 이 때 상기 산화구리는 10% 내지 50% w/w의 농도로 존재하고, 상기 산화구리 입자중 일부는 표면 노출된다.

[0073] 본 발명의 복합 구조 고체 물질이 그에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리 입자를 포함하고, 이 때 상기 산화구리가 10% 내지 50% w/w, 또는 일부 실시양태에서는 8% 내지 60% w/w, 또는 몇몇 실시양태에서는 15% 내지 40% w/w, 또는 몇몇 실시양태에서는 15% 내지 30% w/w의 농도로 존재하는 것으로 이해되어야 한다.

[0074] 일부 실시양태에서, 본 발명은 중합체 수지 또는 충전제를 산화구리와 잘 블렌딩될 때까지 혼합하여, 수지-산화구리 페이스트 또는 충전제-산화구리 블렌드를 형성시키는 단계; 상기 수지-산화구리 페이스트 또는 충전제-산화구리 블렌드를 각각 충전제 또는 수지 및 임의적으로는 안료와 단계적으로 후속 혼합하여, 산화구리 함유 블렌딩된 조성물을 제조하는 단계; 상기 산화구리 함유 블렌딩된 조성물과 촉매를 단계적으로 후속 혼합하여, 중합가능한 복합 구조 물질을 형성하는 단계; 상기 중합가능한 복합 구조 물질을 주형에 배치시키는 단계; 및 상기 중합가능한 복합 구조 물질을 중합시키기 위한 조건을 제공함으로써 복합 구조 고체 물질을 제조하는 단계를 포함하는, 중합체 수지 및 그에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리 입자를 포함하는 복합 구조 고체 물질을 제조하기 위한 연속 주입 공정을 제공한다.

[0075] 일부 실시양태에서, 상기 산화구리 함유 블렌딩된 조성물과 촉매를 후속 혼합하여 중합가능한 복합 구조 물질을 형성시키는 단계는 경화될 수 있는 물질의 형성으로 일컬어진다.

[0076] 몇몇 실시양태에서, 본 발명은 중합체 수지, 충전제 및 임의적으로는 안료를 혼합하는 단계; 상기 중합체 수지, 충전제 및 임의적으로는 상기 안료의 혼합물과 촉매를 혼합하는 단계; 산화구리 또는 산화구리 함유 조성물을 상기 중합체 수지, 충전제 및 임의적으로는 상기 안료의 상기 혼합물에 촉매와 동시에 혼합하거나, 또는 산화구리 또는 산화구리 함유 조성물을 상기 중합체 수지, 충전제 및 임의적으로는 상기 안료의 상기 혼합물 및 상기 촉매와 단계적으로 혼합하여, 중합가능한 복합 구조 물질을 제조하는 단계; 상기 중합가능한 복합 구조 물질을 주형에 배치시키는 단계; 및 상기 중합가능한 복합 구조 물질을 중합시키기 위한 조건을 제공함으로써 복합 구조 고체 물질을 제조하는 단계를 포함하는, 중합체 수지 및 그에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리 입자를 포함하는 복합 구조 고체 물질을 제조하기 위한 혼합 회분식 공정을 제공한다.

[0077] 몇몇 실시양태에서, 본 발명은 중합체 수지와 안료를 잘 혼합하는 단계; 상기 중합체 수지와 안료의 혼합물에 촉매를 단계적으로 첨가하여 촉매-함유 중합체 수지 혼합물을 생성시키는 단계; 임의적으로는 상기 촉매-함유 중합체 수지 혼합물에 충전제를 단계적으로 첨가하여 충전제-촉매-함유 중합체 수지 혼합물을 형성시키는 단계; 산화구리 또는 산화구리 함유 조성물을 상기 촉매-함유 중합체 수지 혼합물 또는 상기 충전제-촉매-함유 중합체

수지 혼합물에 단계적으로 또는 동시에 첨가하여, 산화구리 함유 중합체 수지, 안료 및 촉매 혼합물을 형성하는 단계; 임의적으로는 진공을 가하면서, 상기 산화구리 함유 중합체 수지, 안료 및 촉매 혼합물을 주형에 배치하는 단계; 및 임의적으로는 압력을 가하여 상기 산화구리 함유 중합체 수지, 안료 및 촉매 혼합물을 경화시킴으로써 복합 구조 고체 물질을 제조하는 단계를 포함하는, 중합체 수지 및 그에 실질적으로 균일하게 분산된 산화구리 입자를 포함하는 복합 구조 고체 물질의 제조 방법을 제공한다.

[0078] 일부 실시양태에서, 산화구리 분말은 Cu_2O 를 포함하고, 일부 실시양태에서 산화구리 분말은 CuO 를 포함하며, 일부 실시양태에서 산화구리 분말은 이들의 혼합물을 포함한다. 바람직한 실시양태에서, 크기는 변할 수 있고, 공정은 $20\ \mu$ 이하의 입자 크기를 취할 수 있으며, 5 내지 $10\ \mu$ 의 구체화된 크기가 계획된다. 몇몇 실시양태에서는, 0.1 내지 $20\ \mu$ 의 입자 크기가 계획된다.

[0079] 화합물의 촉매 및 산화구리 둘 다에 의해 야기되는 고화를 지연시킴으로써 물질의 성형 및 캐스팅을 허용하는 물질 중으로 산화구리를 유입시키기 위한 시스템이 또한 도시된다. 정상적인 상황에서, 촉매 및 산화구리는 둘 다 단독으로 혼합물의 거의 즉각적인 응집을 야기하지만, 놀랍게도 촉매 및 산화구리를 최종 단계로서 함께 혼합하는 경우 또는 산화구리를 최종 구성성분으로서 첨가하는 경우 또는 산화구리와 충전제의 블렌드 또는 산화구리와 수지의 페이스트를 형성하는 경우에는 응집이 지연되는 것으로 밝혀졌다.

[0080] 놀랍게도, 복합 물질의 제조 공정의 특정 단계의 조작은 본원에 기재되는 복합 고체 물질의 균일한 분포 및 최적화된 생산에 도달하는 능력에 상당한 영향을 줄 수 있는 것으로 밝혀졌다.

[0081] 또한 놀랍게도, 촉매를 혼합 공정이 막 개시될 때 첨가할 수 있고, 산화구리를 혼합의 최종 단계로서 첨가할 수 있으며, 이러한 순서가 또한 응집을 지연시키는 것으로 밝혀졌다.

[0082] 하나의 실시양태에서는, 공정의 최종 단계로서 첨가되는 경우 산화구리가 슬러리의 응집을 지연시키고, 산화구리가 최종 단계에서 첨가되는 한 응집을 지연시키는(이는 분무 용도 같은 최종 용도에서의 사용을 허용함) 것으로 밝혀졌다.

[0083] 본 발명은 또한 분산된 산화구리를 함유하는 복합 구조 고체 물질을 제조함을 포함하는, 복합 구조 고체 물질에 항균 활성을 부여하는 방법을 제공하며, 이 때 상기 산화구리는 10 내지 50% w/w의 농도로 존재하고, 상기 산화구리 입자의 일부는 표면 노출된다.

[0084] 몇몇 실시양태에서, 상기 복합 구조 고체 물질의 노출된 표면은 샘플 배양 24시간 이내에 미생물 단위의 90% 감소를 나타내는 항균 감소 활성을 갖는다.

[0085] 몇몇 실시양태에서, 상기 복합 구조 고체 물질의 노출된 표면은 상기 샘플 배양 24시간 이내의 기간 동안 상기 항균 감소 활성을 유지하면서 미생물에 반복적으로 노출되는 그의 능력을 그 특징으로 한다.

[0086] 일부 실시양태에서, 항균 활성을 살균, 살포자 또는 정균 활성을 나타내고, 일부 실시양태에서 항균 활성을 살진균, 살바이러스, 진균 증식 억제 또는 바이러스 증식 억제 활성을 나타낸다.

실시예

실시예 1

구리 함유 복합 구조 고체 물질을 제조하는 방법:

회분식 혼합 공정

[0089] 중합체 고체 물질을 제조하기 위하여, 하기 구성성분을 사용할 수 있다: 알루미나 삼수화물(ATH), 안료, 수지 및 메틸 에틸 케톤 퍼옥사이드(MEKP) 촉매. 공정은 다음과 같을 수 있다:

[0090] 1. ATH와 충전제를 견조한 용기에서 혼합하였다.

[0091] 2. 이어, 수지와 안료를 첨가하고 완전히 혼합하였다.

[0092] 3. 이어, MEKP 촉매를 상기 1 및 2의 내용물 중으로 섞어 완전히 혼합하였다.

[0093] 4. 혼합된 슬러리를 주형에 넣었다.

[0094] 5. 주형을 바람직하게는 진동으로 작동되는 진공 챔버에 넣어 수분 내에 고화되기 시작하는 슬러리에 포획된 기포를 제거하였다. 통상적인 초기 고화 시간은 15 내지 30분이었다.

- [0097] 6. 고체 표면 슬래브 또는 제품을 80°C의 경화 오븐에 30 내지 45분간 두었다.
- [0098] 7. 고체 표면 슬래브 또는 제품을 꺼내고, 게이징 및 마무리 샌딩을 위해 준비하였다.
- [0099] 당 업자는 이 프로토콜의 다수의 변화가 통상적인 공정 실행의 일부로서 이루어질 수 있음을 알게 될 것이다. 예를 들어 당 업자가 중합체 출발 물질 내에 산화구리를 포함시키고자 하는 경우, 당 업자는 전형적인 공정이 구성성분, 즉 ATH, PET 마스터배치, 산화구리 분말, 안료, 수지 및 MEKP 촉매를 사용함으로써 이 공정이 MEKP 외의 모든 구성성분, 즉 ATH, PET 마스터배치, 산화구리 분말, 안료 및 수지를 완전히 혼합함을 포함할 것이라는 것을 쉽게 알 것이다. 당 업자는 통상적으로 MEKP 촉매를 첨가하고 합쳐진 구성성분을 완전히 혼합한 직후 혼합물을 주형 내로 캐스팅할 것이다.
- [0100] 그러나, 상기 공정을 수행하는 경우, 놀랍게도 건조 구성성분, 안료 및 수지를 혼합한 후 산화구리를 첨가한 다음에 MEKP를 혼합물에 첨가하고 혼합하였다. 고체 표면을 제조하기 위한 통상적인 배합 동안 분말을 혼합물(이는 이 때 건조 물질 혼합물임)에 첨가한 다음 수지를 건조 물질과 혼합하고 마지막으로 최종 단계로서 MEKP를 첨가하는 경우, MEKP를 최종 슬러리화된 혼합물에 첨가할 때 거의 즉각적인 고화가 일어났다. 즉, 생성되는 혼합물이 너무 이르게 고화되어 균질하지 않은 반경질 제제가 수득되고 이는 용이하게 캐스팅될 수 없었다. 이러한 때 이른 고화는 산화구리 분말이 2% 정도로 적은 w/w 농도로 제공될 때 가장 현저하였다. 2% 수준에서도 고화 공정을 가속화시켰고, 더 높은 농도에서는 더 빠른 고화 공정이 이루어졌다.
- [0101] 상기 언급한 바와 같이, 분말을 3% w/w 비로 적게 첨가하는 경우, 이는 고화를 너무 이르게 가속화시켰다. 구리 분말 수준이 높아짐에 따라 비가 변하였는데, 이는 효능을 유지하기에 충분한 마스터배치 및 합쳐진 분말을 유지하기 위하여 분말의 양을 증가시킴에 따라 마스터매치가 감소됨을 의미하기 때문이다. 이 배합물을 (1) 3.75% 분말 및 49% 마스터매치, (2) 4.75% 분말 및 45% 마스터배치, (3) 6% 분말 및 40% 마스터배치, (4) 7% 분말 및 36% 마스터배치, (5) 8% 분말 및 32% 마스터매치, (6) 9% 분말 및 28% 마스터배치, (7) 10% 분말 및 24% 마스터배치의 수준으로 실행하였다. 주성분의 다른 모든 부분은 동일한 비로 유지하였다.
- [0102] 예기치 못하게도, 공정을 다음과 같은 순서대로 수행하는 경우, 즉 수지와 안료의 혼합물을 제조하고 MEKP를 혼합물에 첨가한 후 충전제 및 마스터배치/처리된 분말을 MEKP-함유 예비 혼합물 중으로 혼합하거나 또는 산화구리를 MEKP-함유 예비 혼합물 중으로 혼합하는 경우, 놀랍게도 혼입된 산화구리 분말의 높은 농도에서도 이러한 혼합물을 주형 내로 용이하게 캐스팅할 수 있었고 공정을 용이하게 수행할 수 있었다.
- [0103] 본원에서 입증된 바와 같이, 혼합물의 경화는 MEKP 및 산화구리를 수지-안료-함유 혼합물에 첨가하는 순서의 함수로서 크게 지연되었다.
- [0104] **실시예 2**
- [0105] **구체화된 구리 함유 복합 구조 고체 물질을 생성시키는 방법**
- [0106] 본 발명의 구리-함유 복합 구조 물질을 제조하는 한 가지 구체화된 방법은 하기 구성성분을 사용하고, 그 뒤의 팔호 안에 상대적인 중량 백분율이 제공된다: 알루미나 삼수화물(ATH)(7% 내지 20%); 예를 들어 유럽 특허원 제 1860949 호에 기재된 바와 같이 제조된, 산화구리(40% 이하)를 함유하는 PET 마스터배치; 산화구리 분말(10% 이하); 안료(3% 이하); 수지(28 내지 40%); 및 MEKP 촉매(1%).
- [0107] 예시된 방법은 다음 단계를 포함할 수 있다:
- [0108] 1) 제 1 용기(용기 A)에서 산화구리 분말을 제외한 모든 건조 구성성분[17% w/w 비의 알루미나 삼수화물 및 40% w/w 비의 마스터배치]을 혼합한다.
- [0109] 2) 제 2 용기(용기 B)에서 MEKP[1% w/w 비]를 제외한 모든 액체 구성성분[수지 및 안료 2% w/w 비]을 혼합한다.
- [0110] 3) MEKP를 용기 B에 첨가하고 완전히 혼합한다.
- [0111] 4) 용기 A로부터의 건조 구성성분을 용기 B의 액체 구성성분에 첨가하고 완전히 혼합한다[용기 A로부터의 알루미나 삼수화물과 마스터배치를 용기 B의 수지와 안료에 첨가한다].
- [0112] 5) 산화구리[6% w/w 비]를 용기 B의 합쳐진 혼합물[이전 단계에서 상기 나열됨]에 첨가하고 신속하게 블렌딩한다.
- [0113] 6) 혼합물을 적절한 주형 내로 균일하게 펴발라 위치시킨다.

- [0114] 7) 주형을 진공 및 진동 챔버에 넣는다.
- [0115] 8) 2 내지 10분간 진동을 개시하고, 5 내지 30분간 진공을 개시한다.
- [0116] 9) 주형 내에 보유된 초기 경화된 시트를 진공 챔버에서 제거하여 냉각시키고 4 내지 24시간동안 주위 압력에서 경화시킨다.
- [0117] 10) 가열/후경화 단계: 이는 또 다른 놀라운 발견이고 당 업자가 예측하는 것과의 큰 차이이다. 열은 고품질 시트를 제조하는데 장애였고 따라서 제거되는 것으로 밝혀졌다.
- [0118] 11) 슬래브를 오븐에서 통상적으로 후경화시키는 것을 없앴는데, 이 단계가 놀랍게도 통상적인 슬래브의 경도를 수득하지 못하도록 하는 것으로 밝혀졌기 때문이다.
- [0119] 12) 슬래브를 계이징, 샌딩 및 연마한다.
- [0120] 13) 임의의 결함에 대해 검사한다.
- [0121] 14) 선적 및 유통을 위해 포장한다.
- [0122] 놀랍게도, 20% 산화구리 PET 마스터배치를 사용함으로써 후경화 단계를 없앨 수 있는 것으로 밝혀졌다. 또한 놀랍게도, 산화구리 분말을 캐스팅 전의 최종 단계로서 첨가함으로써 고화를 놀라울 정도로 자연시킬 수 있음을 발견하였다.
- [0123] 놀랍게도, 충전제 및 건조 구성성분을 첨가하기 전에 MEKP를 수지에 첨가하는 것도 또한 고화를 자연시키는 것으로 밝혀졌다.
- [0124] 뿐만 아니라, 진공 공정 동안 진동 작동 없이 공정을 수행하는 경우, 생성되는 고체 물질이 보통 존재하는 에어 포켓/기포를 함유하지 않았다.
- [0125] 본원에 기재된 바와 같이 구체화된 공정에서의 화학적 경화의 자연은 일관되게 목적하는 제품을 형성시키기에 충분한 시간인 20 내지 30분이었다.
- [0126] 하나의 실시양태에서, 분말 처리의 실리케이트 또는 PMMA 후분쇄로 처리된 $10\ \mu$ 분말을 마스터배치 대신 또는 마스터배치에 덧붙여 사용하여, 동일한 효과를 획득할 수 있는 것으로 밝혀졌다. 마스터배치 합성 업자는 실리케이트 또는 PMMA 또는 다른 불활성 화합물 약 4g 대 산화구리 분말 1kg의 코팅 비로 산화구리 분말을 고전단 혼합기에서 처리할 수 있음을 안다.
- [0127] 실시예 3
- [0128] 구체화된 구리 함유 복합 구조 고체 물질은 항균 활성을 나타냄
- [0129] 물질 및 방법
- [0130] A. 접종원 제조:
- [0131] 세균의 경우: 모배양액으로부터의 세균을 TSB로 옮기고 35 내지 37°C에서 24±2시간동안 배양하였다. 3일 이상 (10일 이하)의 연속적인 기간 동안 매일 옮겼다. 매번 옮길 때마다, 각 관당 접종원 2 루프풀(loopful)(내경 4mm)을 사용하여 TSB 10mL를 함유하는 관에 접종하였다. 시험 당일 접종물로 48±4시간 배양액을 이용하였다.
- [0132] 진균의 경우: 모배양액으로부터의 진균을 사부로드(Sarbouraud) 텍스트로즈 브로쓰(broth) 중으로 옮기고 25 내지 30°C에서 24±2시간동안 배양하였다. 3일 이상(10일 이하)의 연속적인 기간 동안 매일 옮겼다. 매번 옮길 때마다, 각 관당 접종원 2 루프풀(내경 4mm)을 사용하여 SDB 10mL를 함유하는 관에 접종하였다. 시험 당일 접종물로 48±4시간 배양액을 이용하였다.
- [0133] 두 배양액 모두: 모배양액으로부터 15일 이상 옮긴 배양액은 시험 접종원으로 사용하지 않았다.
- [0134] 각 미생물에 있어서, 각각의 배양액을 볼텍스-혼합기 상에서 완전히 혼합하고 15분 이상동안 침강시켰다. 각 배양액의 상부 2/3을 흡입해내어 접종원으로 사용하였다.
- [0135] B. 유기 로딩의 첨가: 각각의 준비된 접종원에, 세균 혼탁액 4.70mL에 대해 FBS 0.25mL 분취량 및 1% 트리톤 (Triton)-X 용액 0.05mL를 첨가하여 5% FBS 및 0.01% 트리톤-X 오염(soil) 로딩을 제공하였다.
- [0136] C. 시험 및 대조용 담체 제조:

- [0137] 시험(3개의 롯트, 미생물 1종당 롯트 1개당 5회 반복 실험) 및 대조용 표면/담체(미생물 1종당 3회 반복 실험) 및 나머지 대조표준에 요구되는 추가적인 시험 및 대조용 표면을 아이소프로필 알콜중에 70 내지 85%로 침지시킴으로써 세정하고, 멸균 탈이온수로 헹궈낸 다음 공기 건조시켰다. 완전히 건조시킨 후, 담체를 121°C에서 15분동안 수증기 멸균시켰다. 담체를 냉각시키고, 사용할 때까지 주위 실온으로 유지시켰다. 사용하기 전에, 멸균 펌셋을 사용하여 여과지 두 장을 간 플라스틱 페트리 접시(각 담체당 1개의 접시)에 각각의 담체를 무균 상태로 옮겼다.
- [0138] D. 담체 접종:
- [0139] 눈금이 새겨진 마이크로피펫터를 사용하여 접종원 0.02mL 분취량을 각 멸균 담체 상으로 옮겼다. 접종원을 담체 가장자리 약 1/8" 이내로 퍼발랐다. 담체를 주원 조건하에서 20 내지 40분간 뚜껑을 약간 열어 건조시켰다. 노출 시간(접촉 시간)은 건조 직후 시작되었다.
- [0140] E. 시험:
- [0141] 롯트 1개당 각각의 미생물의 경우, 5개의 접종 및 건조된 담체를 노출(접촉) 시간 동안 유지시켰다. 접촉 시간은 D. 담체 접종 부분에 따라 건조시킨 직후에 시작되었다. 접촉 시간이 끝나면 각각의 담체를 적절한 시차 간격으로 중화제 20mL를 함유하는 용기로 옮겼다. 각각의 용기를 5분간 초음파 처리한 다음 손으로 회전시켜 혼합하였다. 초음파 처리 후 1시간 이내에, PBS를 사용하여 연속 희석액을 제조하였다(10-1 내지 10-4). 혼합평판을 이용하여 각 용기/희석액(100 내지 10-4)으로부터의 1.0mL 분취량 2개 분량을 배양하였다.
- [0142] 세균의 경우: 각각의 평판을 35 내지 37°C에서 48±4시간동안 배양하고, 콜로니를 센 다음 CFU/담체를 계산하였다.
- [0143] 진균의 경우: 평판을 25 내지 30°C에서 48±4시간동안 배양하고, 콜로니를 센 다음 CFU/담체를 계산하였다.
- [0144] 포자 시험
- [0145] 주: 달리 언급되지 않는 한, 시험 배양액의 모든 조작 및 배양은 엄격한 혐기성 조건 하에서 수행된다. 모든 배지 및 시약을 사용 전에 미리 환원시킨다.
- [0146] A. 포자 혼탁액 제조:
- [0147] 해동된 영양세포 동결 모배양액을 사용하여, RCM 10mL를 함유하는 삼각 플라스크에 100 μL를 첨가하고 35 내지 37°C에서 24±4시간동안 배양하였다. CABA 평판에 하룻밤 배양액(100 μL/평판)을 퍼바르고, 35 내지 37°C에서 7 내지 10일간 배양하였다. 배양 기간 동안, 평판으로부터의 성장을 주기적으로 점검하여 배양액을 검사하고 위상차 현미경법을 이용하여 포자 대 영양세포의 대략적인 비를 평가하였다. 탈이온수 10 μL를 함유하는 유리 슬라이드 상에서 멸균 접종 루프를 사용하여 성장하는 배양액의 샘플을 모으고 혼합하여, 혼탁액을 제조한 후 위상차 현미경법에 의해 관찰하였다. 위상차 조건 하에서, 포자는 밝고 난형으로 보이는 반면 영양세포는 어둡고 봉형으로 보인다.
- [0148] 포자가 90% 이상의 포자 대 영양세포 비에 도달하면, 각 평판에 ST80 5±1mL를 첨가하고 각 평판의 표면을 세포 스크래퍼로 긁어모아 성장을 중단시킴으로써, 각 평판으로부터 배양액을 수확하였다. 수확된 물질을 멸균 50mL들이 원심분리 관에 모았다. 혼탁액을 함유하는 관을 4500×g에서 15분간 원심분리하고 차가운(2 내지 5°C) ST80으로 3회 세척하였다. 각 관에서의 최종 펠렛은 ST80 약 5mL에 재현탁시켰다.
- [0149] 열-충격, ST80 및 히스토덴즈(HistoDenz) 50% (w/v) 용액을 사용한 세척 및 원심분리를 포함하는 표준 내부 절차 및 ST80을 사용한 재현탁을 이용하여 각 포자 혼탁액을 정제시켰다. 각 관의 내용물을 합쳤다. 탈이온수 10 μL를 함유하는 유리 슬라이드 상에서 멸균 접종 루프를 사용하여 배양액 샘플을 모으고 혼합하여 혼탁액을 제조한 다음, 위상차 현미경법에 의해 관찰하여 90% 이상의 포자 대 영양세포 비의 존재를 확인하였다.
- [0150] PBS를 사용하여 제조된 혼탁액을 연속적으로 희석시킴으로써 접종원 계수 평가를 수행하였으며, BHIY-HT를 이용하여 분취량 2개 분량을 평판 배양시켰다. 평판을 35 내지 37°C에서 2 내지 4일간 배양하였다. CFU/mL는 문서화한다. 포자 혼탁액을 시험일에 사용할 때까지 약 -70°C에서 동결시켰다.
- [0151] 시험일에, 혼탁액을 해동하고, 탈이온수 10 μL를 함유하는 유리 슬라이드 상에서 멸균 접종 루프를 사용하여 배양액 샘플을 모으고 혼합하여 혼탁액을 제조한 다음, 위상차 현미경법에 의해 관찰하여 90% 이상의 포자 대 영양세포 비의 존재를 확인하였다.

- [0152] PBS를 사용하여 배양액을 희석시킴으로써, 시험전 접종원 계수에 기초하여 약 5×10^6 CFU/mL를 생성시켰다. 배양액을 볼텍스 혼합기에서 완전히 혼합시키고 15분 이상동안 침강시켰다. 배양액의 상부 2/3을 흡입해내어 접종원으로서 사용하였다.
- [0153] B. 유기 로딩의 첨가:
- [0154] FBS 0.25mL 분취량 및 1% 트리톤 X-100 용액 0.05mL를 세균 포자 혼탁액 4.70mL에 첨가하여 5% FBS 및 0.01% 트리톤 X-100 오염 로딩을 생성시켰다.
- [0155] C. 시험 및 대조용 담체 제조:
- [0156] 시험(두 가지 접촉 시간을 이용하여 접촉 시간 1가지당 3회 반복 실험) 및 대조용 표면/담체(접촉 시간 1가지당 2회 반복 실험) 및 나머지 대조용에 요구되는 추가적인 시험 및 대조용 표면을 아이소프로필 알콜중에 70 내지 85%로 침지시킴으로써 설정하고, 멸균 탈이온수로 헹궈낸 다음 공기 건조시켰다.
- [0157] 완전히 건조시킨 후, 담체를 121°C에서 15분동안 수증기 멸균시켰다. 담체를 냉각시키고, 사용할 때까지 주위 실온으로 유지시켰다. 사용하기 전에, 멸균 핀셋을 사용하여 여과지 두장을 간 플라스틱 페트리 접시(각각의 담체에 하나의 접시)에 각각의 담체를 무균 상태로 옮겼다.
- [0158] D. 담체 접종:
- [0159] 눈금이 새겨진 마이크로피펫터를 사용하여 접종원 0.02mL 분취량을 각 멸균 담체 상으로 옮겼다. 접종원을 담체 가장자리 약 1/8" 이내로 퍼발랐다. 담체를 주위 조건하에서 20 내지 40분간 뚜껑을 약간 열어 건조시켰다. 노출 시간(접촉 시간)은 건조 직후 시작되었다.
- [0160] E. 시험:
- [0161] 각각의 접촉 시간의 경우, 3개의 접종 및 건조된 담체를 노출(접촉) 시간 동안 유지시켰다. 접촉 시간은 D. 담체 접종 부분에 따라 건조시킨 직후에 시작되었다. 접촉 시간이 끝나면 각각의 담체를 적절한 시차 간격으로 중화제 20mL를 함유하는 용기로 옮겼다. 각각의 용기를 5분간 초음파 처리한 다음 손으로 회전시켜 혼합하였다. 초음파 처리 후 1시간 이내에, PBS를 사용하여 연속 희석액을 제조하였다. BHIY-HT 평판을 이용하여 각 용기/희석액으로부터의 분취량 2개 분량을 배양하였다. 모든 평판을 35 내지 37°C에서 2 내지 4일간 배양하고, 콜로니를 센 다음 CFU/담체를 계산하였다.
- [0162] 시험 프로토콜 및 결과: 각각의 시험 미생물에 대해서, 3회의 시험(각각의 농도) 및 2회의 대조용 표면을 처리하였다. 유기 로딩을 함유하는 48±시간 배양액을 이용하여, 시험 및 대조용 표면을 접종원 0.02mL로 오염시키고, 표면 가장자리의 약 1/8" 이내에 접종원을 퍼발랐다. 표면을 주위 조건(20°C)에서 40분간 뚜껑을 약간 열어 건조시켰다. 접촉 시간은 건조 시간이 끝날 때 시작되었다.
- [0163] 접촉 시간(2시간)이 끝나면 각각의 표면을 중화제 20mL를 함유하는 용기로 옮기고, 용기를 5분간 초음파 처리하였다. 이어, 용기를 손으로 회전시켜 혼합하였다. 1시간 이내에, 연속 희석을 수행하고 선택된 희석액을 평판 배양하였다. 시험 방법은 설명보다 훨씬 더 광범위하다. 24시간동안 매 2시간마다 반복되는 마모 시험(12회 이하의 습식 및 건식 사이클) 및 반복되는 오염이 있다.
- [0164] 시험 미생물은 콜로니 형태 및 그램 염색에 의해 스타필로코커스 아우레우스 및 엔테로박테리 아에로게네스에 일치하는 것으로 확인되었다. 모든 순도 대조용 배양액을 동일한 방식으로 평가하였고, 두 시험 미생물은 순수한 것으로 입증되었다.
- [0165] 감소%는 하기 수학식을 이용하여 계산하였다:
- [0166]
$$[(\text{평균 정량적인 담체 대조용(CFU/표면)} - \text{평균 시험 결과(CFU/표면)}) / \text{정량적인 담체 대조용(CFU/표면)}] \times 100$$
- [0167] 실시예 4
- [0168] 구체화된 구리 함유 복합 구조 고체 물질
- [0169] 하기 물질 및 설명을 이용하여, 경질 표면에 사용하기 위한 합성 대리석 슬래브를 제조하였다.
- [0170] 구성성분:
- [0171] ATH - 7% 내지 20%

- [0172] 산화구리를 함유하는 PET 마스터배치 - 40% 이하
- [0173] 산화구리 분말 - 10%
- [0174] 안료 - 3% 이하
- [0175] 수지 - 20 내지 38%
- [0176] 촉매 - 1%
- [0177] 공정 :
- [0178] 용기에서 수지와 안료를 함께 혼합한다.
- [0179] 촉매를 첨가한다.
- [0180] ATH를 첨가한다.
- [0181] 거친 분말로 분쇄된 PET 마스터배치(본원에 참고로 인용된 국제 특허 공개 WO 2006/100665 호에 기재된 바와 같음), 또는 실리케이트 또는 PMMA 또는 몇몇 다른 불활성 물질로 캡슐화된 산화구리를 첨가한다.
- [0182] 완전히 혼합한다.
- [0183] 주형 내로 캐스팅한다.
- [0184] 주형을 진공 캠버에 넣고 진공, 압력 및 진동을 가한다. 시트를 완전히 경화시킨 후 게이징 및 최종 샌딩을 수행한다.
- [0185] 하기 물질 및 설명을 이용하여, 페인트 솔 또는 분무 용도의 임의의 표면에 사용하기 위한 합성 대리석의 액체 형태를 기재한다.
- [0186] 구성성분 :
- [0187] 건식 실리카 - 7% 내지 20%
- [0188] 산화구리를 함유하는 PET 마스터배치 - 40% 이하
- [0189] 산화구리 분말 - 16% 이하
- [0190] 안료 - 3% 이하
- [0191] 수지 - 28 내지 75%
- [0192] MEKP 촉매 - 1%
- [0193] MEK 희석제 0 내지 10%
- [0194] 공정 :
- [0195] 용기 내에서 수지와 안료를 함께 혼합한다.
- [0196] 건식 실리카를 첨가한다.
- [0197] 거친 분말로 분쇄된 PET 마스터배치, 또는 실리케이트 또는 PMMA 또는 몇몇 다른 불활성 물질로 캡슐화된 산화구리를 첨가한다.
- [0198] 완전히 혼합한다.
- [0199] 목적하는 점도에 도달할 때까지 MEK를 첨가한다.
- [0200] MEKP를 첨가한다.
- [0201] 표면에 즉시 분무하거나 도포한다.
- [0202] 하기 물질 및 설명을 이용하여, 청소가 용이하고 조용한 바닥 타일, 기둥 및 구석 둘레로 접힐 수 있는 물딩, 내충격성 범퍼, 체어 레일(chair rail), 휠체어 타이어, 에스컬레이터 핸드레일 벨트, 식품 가공 컨베이어 벨트 및 더욱 내긁힘성인 표면(이들로 국한되지는 않음)에 사용하기 위한 합성 대리석의 가요성 슬래브를 생성시켰다.

- [0203] 구성성분:
- [0204] ATH - 7% 내지 15%
- [0205] 산화구리를 함유하는 PET 마스터배치 - 40% 이하
- [0206] 산화구리 분말 -10%
- [0207] 안료 - 3% 이하
- [0208] 수지 - 25 내지 33%
- [0209] MEKP 촉매 - 0.25 내지 1%
- [0210] 공정:
- [0211] 용기 내에서, 수지와 안료를 함께 혼합한다.
- [0212] ATH를 첨가한다.
- [0213] MEKP를 첨가하고 완전히 혼합한다.
- [0214] MEKP 촉매, 및 거친 분말로 분쇄된 PET 마스터배치, 또는 실리케이트 또는 PMMA 또는 몇몇 다른 불활성 물질로 캡슐화된 산화구리를 첨가한다.
- [0215] 완전히 혼합한다.
- [0216] 이 경우에는, 수지 함량을 약 25%까지 감소시켰고, ATH 충전제를 15%까지 증가시켰으나, 이들의 비율은 마스터 배치, 수지 및 MEKP 촉매에서의 변화 및 최종 마무리된 제품의 목적하는 품질에 따라 달라질 수 있다.
- [0217] **실시예 5**
- [0218] **구리 함유 복합 구조 고체 물질의 항균 활성을 평가하기 위한 구체화된 분석법**
- [0219] 접종원 제조:
- [0220] 스타필로코커스 아우레우스의 경우: 모배양액으로부터의 세균을 TSB로 옮기고 35 내지 37°C에서 24±2시간동안 배양하였다. 3일 이상(10일 이하)의 연속적인 기간 동안 매일 옮겼다. 매번 옮길 때마다, 각 관당 접종원 2 루프풀(내경 4mm)을 사용하여 TSB 10mL를 함유하는 관에 접종하였다. 시험 당일 접종원으로 48±4시간 배양액을 이용하였다.
- [0221] 엔테로박터 아에로게네스의 경우: 모배양액으로부터의 세균을 TSB로 옮기고 25 내지 30°C에서 24±2시간동안 배양하였다. 3일 이상(10일 이하)의 연속적인 기간 동안 매일 옮겼다. 매번 옮길 때마다, 각 관당 접종원 2 루프풀(내경 4mm)을 사용하여 TSB 10mL를 함유하는 관에 접종하였다. 시험 당일 접종원으로 48±4시간 배양액을 이용하였다.
- [0222] 각각의 미생물에 있어서, 각각의 배양액을 볼텍스 혼합기에서 완전히 혼합하고 침강시켰다. 각 배양액의 상부 2/3을 흡입해내고 접종원으로서 사용하였다. 모배양액으로부터 15일 이상 옮긴 배양액은 시험 접종원으로 사용하지 않았다.
- [0223] 유기 로딩의 첨가:
- [0224] 각각의 준비된 접종원에, 세균 혼탁액 4.70mL에 대해 FBS 0.25mL 분취량 및 1% 트리톤-X 용액 0.05mL를 첨가하여 5% FBS 및 0.01% 트리톤-X 오염 로딩을 제공하였다.
- [0225] 시험 및 대조용 담체 제조:
- [0226] 시험 및 대조용 표면을 아이소프로필 알콜중 70 내지 85%로 침지시킴으로써 세정하고, 멸균 탈이온수로 행궈낸 다음 공기 건조시켰다. 완전히 건조시킨 후, 담체를 121°C에서 15분동안 수증기 멸균시켰다. 담체를 냉각시키고, 사용할 때까지 주위 실온으로 유지시켰다. 사용하기 전에, 멸균 핀셋을 사용하여 여과지 두 장을 깐 플라스틱 페트리 접시(각각의 담체에 대해 하나의 접시)에 각각의 담체를 무균 상태로 옮겼다.
- [0227] 미생물 1종당 시험 물질의 각 룻트에는, 시험의 1차 양태에 있어서 미생물 1종당 5개 세트(담체 1개당 3회 반복 실험)의 대조용 물질과 함께, 5개 세트(1세트당 담체 각각에 대해 5회 반복 실험)를 제조하였다.

- [0228] 잔류 대조용에 필요한 추가적인 표면을 제조하였다.
- [0229] 시험:
- [0230] 눈금이 새겨진 피펫을 사용하여 시험 미생물 $5\mu\text{L}$ 를 시차를 두면서 모든 시험 표면에 접종하였다. 접종원을 담체 가장자리 약 $1/8"$ 이내로 펴발랐다. 이 최초 접종을 "타임 제로(time zero)"로 간주하였다. 담체를 노출 시간 동안 주위 조건에서 견조시켰다. 노출 시간(들)은 최초 "제로 타임" 접종으로 시작된다. 정량적인 회수를 위해 제거되지 않은 적용가능한 세트(아래 참조)를 "타임 제로" 접종 3, 6, 9, 12, 15, 18 및 21시간 후에 동일한 방식으로 재접종하였다.
- [0231] 정량적인 회수를 위해 적용가능한 세트를 2시간(1회 접종), 6시간(2회 접종), 12시간(4회 접종), 18시간(6회 접종) 및 24시간(8회 접종)째에 제거하였다. 각 표면 세트에 대해 적용가능한 접촉 시간이 지난 후, 각 담체를 적절한 시차 간격으로 중화제 20mL 를 함유하는 용기에 옮겼다. 각각의 용기를 5분간 초음파 처리한 다음 손으로 회전시켜 혼합하였다. 초음파 처리 후 1시간 이내에, PBS를 사용하여 연속 희석액을 제조하였다(10-1 내지 10-4). TSA 혼합 평판(pour plate)을 이용하여 각 용기/희석액(100 내지 10-4)으로부터의 1.0mL 분취량 2개 분량을 배양하였다.
- [0232] 스타필로코커스 아우레우스의 경우: 평판을 35 내지 37°C 에서 48 ± 4 시간동안 배양하고, 콜로니를 센 다음 CFU/담체를 계산하였다.
- [0233] 엔테로박ter 아에로게네스의 경우: 평판을 25 내지 30°C 에서 48 ± 4 시간동안 배양하고, 콜로니를 센 다음 CFU/담체를 계산하였다.
- [0234] 대조표준:
- [0235] 담체 정량 대조표준:
- [0236] 각각의 시험 미생물에 있어서, 5개가 아니라 3개의 반복 실험을 평가한 것을 제외하고는 시험(접종 및 정량적인 회수)에서와 동일한 방식으로 대조용 담체(표면)를 사용하여 대조용 시험을 수행하였다. 각각의 시험 미생물에 적용가능한 경우 시험 평판과 동일한 방식으로 모든 평판을 적절하게 접종하였다.
- [0237] 배양액 순도 대조표준:
- [0238] TSA를 사용하는 단리를 위해 각각의 제조된 배양액을 도말하였다. 각각의 시험 미생물에 적용가능한 경우 시험 평판과 동일한 방식으로 모든 평판을 적절하게 접종하였다. 단리된 배양액을 순도에 대해 관찰하였다.
- [0239] 유기 오염 멸균성 대조표준:
- [0240] 제조된 유기 오염 1.0mL 분취량 2개 분량을 TSA 혼합 평판에서 평판 배양하였다. 평판을 35 내지 37°C 에서 48 ± 4 시간동안 배양하고, 성장 또는 무성장에 대해 관찰하였다.
- [0241] 접종원 확인 계수 대조표준:
- [0242] PBS를 사용하여 각각의 제조된 접종원을 연속 희석시키고, TSA 혼합 평판을 이용하여 선택된 희석액 2개 분량을 평판 배양하였다. 각각의 시험 미생물에 적용가능한 경우 시험 평판과 동일한 방식으로 모든 평판을 적절하게 접종하였다.
- [0243] 중화제 멸균성 대조표준:
- [0244] 중화제를 함유하는 용기 하나를 35 내지 37°C 에서 48 ± 4 시간동안 배양하였다. 중화제를 성장 또는 무성장에 대해 관찰하였다.
- [0245] 담체 멸균성 대조표준:
- [0246] 접종되지 않은 시험(롯트 1개당) 및 대조용 담체를 중화제를 함유하는 독립적인 용기 내로 계대배양하고, 35 내지 37°C 에서 48 ± 4 시간동안 배양하였다. 중화제를 성장 또는 무성장에 대해 관찰하였다.
- [0247] 담체 실행가능성 대조표준:
- [0248] 각각의 시험 미생물에 있어서, 하나의 접종된 대조용 담체를 중화제를 함유하는 용기 중으로 계대배양하고, 각각의 시험 미생물에 대해 적용가능한 경우 시험 평판과 동일한 방식으로 배양하였다.
- [0249] 중화제 용기를 성장 또는 무성장에 대해 관찰하였다.

[0250] 중화제 효율 대조표준:

[0251] 시험 제품의 룻트 1개당 각각의 시험 미생물에 있어서, 하나의 멸균 시험 담체를 시험과 동일한 방식으로 중화시켰다(중화제 20mL를 함유하는 개별적인 용기 내로 옮김). 각 용기에, 희석된 접종원 1.0mL 분취량을 첨가하여 중화제중 100CFU/mL를 생성시켰다. 용기를 혼합하고 1.0mL 분취량을 제거한 후 2회 반복하여 평판 배양하였다.

[0252] 멸균 대조용 담체를 사용한 것을 제외하고는 동일한 방식으로 다수의 대조표준을 수행하였다.

[0253] 각각의 시험 미생물에 대해 적용가능한 경우 시험 평판과 동일한 방식으로 모든 평판을 적절하게 배양하였다.

[0254] 미생물 확인 절차:

[0255] 담체 정량 대조용 평판으로부터 무작위적으로 선택된 콜로니 및 적용가능한 경우 시험 평판으로부터 무작위적으로 선택된 콜로니를, 현준하는 SOP에 따라 콜로니 형태 및 그램 염색에 의해 확인하였다. 배양액 순도 대조용 평판을 이용하여 동일한 절차를 수행하였고, 순도에 관한 결과를 또한 문서화하였다.

[0256] 접종원 제조:

[0257] 모배양액으로부터의 세균을 TSB로 옮기고 35 내지 37°C에서 24±2시간동안 배양하였다. 3일 이상(10일 이하)의 연속적인 기간 동안 매일 옮겼다. 매번 옮길 때마다, 각 관당 접종원 2 루프풀(내경 4mm)을 사용하여 TSB 10mL를 함유하는 관에 접종하였다.

[0258] 슈도모나스 아에루기노사 배양액에 형성된 박막을 사용 전에 흡입해내었다.

[0259] 모든 배양액의 경우 : 모배양액으로부터 15일 이상 옮긴 배양액은 시험 접종원으로 사용하지 않았다.

[0260] 최초 및 최종 살균제 시험 접종원의 경우:

[0261] 각각의 시험 미생물에 있어서, 48 내지 54시간 배양액을 볼텍스 상에서 혼합하고 15±1분간 정치시켰다. 유기로딩의 첨가: 세균 혼탁액 4.70mL에 대해 FBS 0.25mL 분취량 및 1% 트리톤 X-100 용액 0.05mL를 첨가하여 5% FBS 및 0.01% 트리톤-X 오염 로딩을 제공함. 각 배양액의 상부 2/3을 흡입해내어 접종원으로서 사용하였다.

[0262] 시뮬레이션 마모 시험에 사용되는 담체의 접종/재접종의 경우: 각각의 시험 미생물에 있어서, 18 내지 24시간 배양액을 볼텍스 상에서 혼합하였고 15±1분간 정치시켰다. 각 배양액의 상부 2/3을 흡입해내고 접종원으로서 사용하였다. 멸균 탈이온수 5.0mL에 대해 5.0mL의 희석된 혼탁액의 하나의 최종 희석액 및 멸균 탈이온수를 사용하여 배양액의 1:100 희석액 두 개(2개의 0.1mL 내지 9.9mL 연속 희석액)를 제조하였다. 유기 로딩의 첨가: 세균 혼탁액 4.70mL에 대해 FBS 0.25mL 분취량 및 1% 트리톤 X-100 용액 0.05mL를 첨가하여 5% FBS 및 0.01% 트리톤 X-100 오염 로딩을 제공함. 주: 배양액을 8시간보다 더 긴 시간동안 유기 로딩으로 정치시키지 않았다.

[0263] 시험 및 대조용 담체 제조:

[0264] 시험 및 대조용 표면(담체)을 아이소프로필 알콜중에 70 내지 85%로 침지시킴으로써 세정하고, 멸균 탈이온수로 행궈낸 다음 공기 건조시켰다. 완전히 건조시킨 후, 담체를 121°C에서 15분동안 수증기 멸균시켰다. 담체를 냉각시키고, 사용할 때까지 주위 실온으로 유지시켰다. 사용하기 전에, 멸균 핀셋을 사용하여 여과지 두 장을 간 플라스틱 페트리 접시(각각의 담체에 대해 하나의 접시)에 각각의 담체를 무균 상태로 옮겼다. 미생물 1종당 시험 물질의 각 룻트에는, 시험의 1차 양태에 있어서 미생물 1종당 대조용 물질 2개 세트(각각 담체 1개당 4회 반복 실험)와 함께, 2개 세트(1세트당 담체 각각에 대해 4회 반복 실험)를 제조하였다. 잔류 대조표준에 필요한 추가적인 표면을 제조하였다.

[0265] 초기 살균제 평가 시험:

[0266] 미생물 1종 당 시험 표면의 각 룻트에 대해, 눈금이 새겨진 퍼펫을 사용하여 제조된 초기 살균제 접종원 10 μL(0.01mL)를 시차를 두면서 4개의 담체 및 4개의 대조용 표면 담체(미생물 1종당)에 접종하였다. 접종원을 담체 가장자리 약 1/8" 이내로 퍼바르고, 담체를 35 내지 37°C 및 38 내지 42% 상대 습도(RH)에서 30 내지 40분간 건조시켰다. 건조 직후, 주위 온도에서 120분간의 접촉 시간(노출 시간)을 가졌다. 120분간의 접촉 시간 후, 각각의 담체를 적절한 시차 간격으로 중화제 30mL를 함유하는 용기로 옮겼다. 각각의 용기를 20±2초동안 초음파 처리하였다. 샘플을 250rpm의 오비탈 쉐이커(orbital shaker)에서 3 내지 4분간 혼합하였다. 초음파 처리 후 1시간 이내에, 멸균 탈이온수를 사용하여 연속 희석액을 제조하였다(10₋₁ 내지 10₋₄). TSA 혼합 평판을 이용

하여, 각각의 용기/희석액(10₀ 내지 10₋₂)으로부터의 1.0mL 분취량 2개 분량을 평판 배양하였다. 각각의 용기/희석액(10₁ 내지 10₋₄)으로부터의 1.0mL 분취량 2개 분량을 TSA 혼합 평판을 이용하여 평판 배양하였다.

[0267] 주: 각각의 2개 담체의 모든 희석 및 평판 배양을 중화제 중으로 옮긴지 1시간 이내에 수행하였다. 모든 시험 평판을 35 내지 37°C에서 48±4시간동안 배양하고, 콜로니를 센 다음 CFU/담체를 계산하였다.

[0268] 시뮬레이션 마모 및 재접종 :

[0269] 접종 전에, 1회의 완전한 사이클의 경우 약 4 내지 5초의 총 표면 접촉 시간에 대해 2.25 내지 2.50의 속도로 마모 시험기를 설정하였다. 보정된 스톱워치로 속도를 측정하였다. 수 계수기를 1, 5, 10 및 20으로 조정하고 사이클 시간을 확인함으로써, 기계의 사이클을 보정하였다. 표면이 마모 시험기를 1회 통과하는 것이 대략 2초의 접촉 시간과 동일하도록 설정하였다. 마모 사이클은 포움 라이너(foam liner) 및 건조 면직물이 장치된 마모 보트를 갖는 가드너(Gardner) 스크러버 상에서 왼쪽으로 1회 통과, 오른쪽으로 재통과하는 것이다. 완전 조립된 마모 보트는 2개의 분동, 포움 라이너 및 면직물로 구성된다. 이를 무균 방식으로 조립하였다. 완전 조립된 분동 보트의 분동을 사용 전에 1084±1g을 청량하도록 확인하였다. 미생물 1종당 시험 표면의 각 롯트에 대해 눈금이 새겨진 피펫을 사용하여 제조된 시뮬레이션 마모 접종원 10 µL(0.01mL)를 시차를 두고 4개의 담체에 접종하였다. 접종원을 담체 가장자리 약 1/8" 이내에 펴바르고 35 내지 37°C에서 30 내지 40분간 건조시켰다. 이 접종 및 건조 절차는 "재접종 및 건조"로 칭하였다. 마모 사이클을 개시하기 위하여, 가드코 워셔빌러티 앤드 웨어 테스터(Gardco Washability and Wear Tester) 및 완전 조립된 분동 보트를 이용하여 건조 마모 사이클에 각 담체를 적용시켰다. 최초 마모 사이클로부터 15분 이상 후에, 앞서 기재된 바와 같이 각 담체를 재접종하고 건조시켰다. 가드코 워셔빌러티 앤드 웨어 테스터 및 완전 조립된 분동 보트를 이용하여 습식 마모 사이클에 각 담체를 적용시켰다. 프레발(Preval) 분무기(또는 그에 상응하는 것)를 이용하여, 완전 조립된 분동 보트에 멀균 탈이온수를 75±1cm의 거리로부터 1초동안 분무하였다. 이 2차 마모 사이클로부터 15분 이상 후에, 각 담체를 재접종 및 건조시켰으며, 다음 페이지의 표 1에 개략적으로 기재되는 절차 및 시간표에 따라 총 11회의 재접종 및 12회의 마모 사이클을 수행할 때까지 교대하는 건식 및 습식 마모에 적용시켰다.

[0270] 주: 캐리오버(carryover) 오염을 방지하기 위하여 각 표면 마모 세트 사이에서 70% IPA로 가드너 장치상의 표면 홀더로부터 오염을 제거하였다. IPA는 가공하기 전에 완전히 증발시켰다. 포움 라이너 및 면직물을 각 표면 마모 세트 사이에서 교체하였다.

[0271] **마모 및 재접종 절차**

[0272] 1. 최초 접종 및 건조

[0273] 2. 건조한 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #1)

[0274] 3. 재접종 및 건조

[0275] 4. 젖은 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #2)

[0276] 5. 재접종 및 건조

[0277] 6. 건조한 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #3)

[0278] 7. 재접종 및 건조

[0279] **제 1 일이 지난 후**

[0280] 8. 젖은 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #4)

[0281] 9. 재접종 및 건조

[0282] 10. 건조한 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #5)

[0283] 11. 재접종 및 건조

[0284] 12. 젖은 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #6)

[0285] 13. 재접종 및 건조

[0286] 14. 건조한 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #7)

- [0287] 15. 재접종 및 건조
- [0288] 16. 젖은 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #8)
- [0289] 17. 재접종 및 건조
- [0290] 18. 건조한 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #9)
- [0291] 19. 재접종 및 건조
- [0292] 20. 젖은 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #10)
- [0293] 21. 재접종 및 건조
- [0294] 22. 건조한 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #11)
- [0295] 23. 재접종 및 건조
- [0296] 24. 젖은 직물을 사용한 마모 사이클(마모 #12)
- [0297] **12번째 마모 사이클 및 최초 접종으로부터 2일이 지난 후에 최종 살균제 평가를 수행한다.**
- [0298] 최종 살균제 평가: (시뮬레이션 마모 및 재접종 절차에 따라 최초 접종으로부터 2일 이상 후에 수행함) 미생물 1종당 각 시험 표면 롯트에 대해 눈금이 새겨진 피펫을 사용하여 제조된 최종 살균제 접종원 $10 \mu\text{L}$ (0.01mL)를 시차를 두고 4가지 담체 및 4가지 대조용 표면 담체(미생물 1종당)에 접종하였다. 접종원을 담체 가장자리 약 $1/8"$ 이내에 퍼바르고 담체를 35 내지 37°C 및 38 내지 42% 상대 습도(RH)에서 30 내지 40분간 전조시켰다. 전조 직후, 주위 온도에서 120분간의 접촉 시간(노출 시간)을 가졌다. 접촉 시간 후, 각각의 담체를 적절한 시차를 두면서 중화제 30mL를 함유하는 용기로 옮겼다. 각각의 용기를 20 ± 2 시간 동안 초음파 처리하였다. 샘플을 250rpm의 오비탈 쉐이커에서 3 내지 4분간 혼합하였다. 초음파 처리 후 1시간 이내에, 멸균 털이온수를 사용하여 연속 희석액을 제조하였다(10_1 내지 10_{-4}). TSA 혼합 평판을 이용하여, 시험 담체의 경우 각각의 용기/희석액(10_1 내지 10_{-2})으로부터의 1.0mL 분취량 2개 분량을 평판 배양하였다. 대조용 담체의 경우 각각의 용기/희석액(10_1 내지 10_{-4})으로부터의 1.0mL 분취량 2개 분량을 TSA 혼합 평판을 이용하여 평판 배양하였다.
- [0299] 주: 각각의 2개 담체의 모든 희석 및 평판 배양을 중화제 중으로 옮긴지 1시간 이내에 수행하였다. 모든 시험 평판을 35 내지 37°C 에서 48 ± 4 시간 동안 배양하고, 콜로니를 센 다음 CFU/담체를 계산하였다. 엔테로박터 아에로게네스의 경우: 평판을 25 내지 30°C 에서 48 ± 4 시간 동안 배양하고, 콜로니를 센 다음, CFU/담체를 계산하였다.
- [0300] A. 대조표준:
- [0301] 1. 배양액 순도 대조표준:
- [0302] TSA를 사용하여 단리하기 위해 각각의 제조된 배양액을 도말하였다[최초 및 최종 살균제 접종원 뿐만 아니라 각각의 시뮬레이션 마모 및 재접종 접종원(2개, 2일 체제에서 1일당 1개)]. 모든 평판을 시험 평판 배양으로 배양하였다. 단리된 배양액을 순도에 대해 관찰하였다.
- [0303] 2. 유기 오염 멸균성 대조표준:
- [0304] 제조된 유기 오염 1.0mL 분취량 2개 분량을 TSA 혼합 평판에서 평판 배양하였다. 분석법의 매 1일마다 이를 수행하였다: 2일 시뮬레이션 마모 및 재접종 절차 각각으로서 최초 살균제 날 및 최종 살균제 날. 평판을 시험 평판 배양으로 배양하고, 성장 또는 무성장에 대해 관찰하였다.
- [0305] 3. 접종원 확인 계수 대조표준:
- [0306] PBS를 사용하여 각각의 제조된 접종원을 연속 희석시키고, TSA 혼합 평판을 이용하여 선택된 희석액을 2회 평판 배양하였다. 분석법의 매 1일마다 이를 수행하였다: 2일 시뮬레이션 마모 및 재접종 절차 각각으로서 최초 살균제 날 및 최종 살균제 날. 평판을 시험 평판 배양으로 배양하였다.
- [0307] 4. 중화제 멸균성 대조표준:
- [0308] 중화제를 함유하는 용기 하나를 35 내지 37°C 에서 48 ± 4 시간 동안 배양하였다. 중화제를 성장 또는 무성장에 대해 관찰하였다.

[0309] 5. 담체 멸균성 대조표준:

[0310] 접종되지 않은 시험(롯트 1개당) 및 대조용 담체를, 중화제를 함유하는 독립적인 용기 내로 계대배양하고, 35 내지 37°C에서 48±4시간동안 배양하였다. 중화제를 성장 또는 무성장에 대해 관찰하였다.

[0311] 6. 담체 실행가능성 대조표준:

[0312] 각각의 시험 미생물에 있어서, 하나의 접종된 대조용 담체를 중화제를 함유하는 용기 중으로 계대배양하고, 시험 평판에서와 동일하게 배양하였다(이 대조표준은 최초 및 최종 살균제 시험일 둘 다에서 수행하였다). 중화제 용기를 성장 또는 무성장에 대해 관찰하였다.

[0313] 7. 중화제 효율 대조표준:

[0314] 시험과 동시에 각각의 시험 미생물에 대해 중화 효능을 평가하였다. 멸균 펀셋을 사용하여, 멸균 담체(3개의 시험 롯트 각각에 대해 하나, 및 대조용 표면 하나)를 중화제 30mL를 함유하는 용기 내로 옮겼다. 각각의 표면 첨가 후의 간격에서, 세균 혼탁액 분취량(약 1,000CFU를 생성시킴)을 첨가하고 용기를 혼합하였다. 5±1분 후, 각 용기로부터 1.0mL 분취량을 제거하고, TSA 혼합 평판을 사용하여 평판 배양하였다. 추가적인 희석액을 사용하여 이들 절차를 반복하였다(약 500CFU 및 250CFU를 생성시킴). 모든 평판을 초기 살균제 시험 평판으로 배양하였다.

[0315] 8. MRSA의 항균제 감수성 시험:

[0316] 제조된 MRSA 배양액을 TSA+ 평판 상에서 계대배양하고, 평판을 35 내지 37°C에서 약 24시간동안 배양하였다. 배양 후, TSA+ 배양액으로부터의 성장분을 SS에 혼탁시켜 0.5 맥팔랜드(McFarland) 기준에 상응하는 탁도를 생성시킴으로써 혼탁액을 제조하였다. 이 제조된 혼탁액을 눈금 패턴으로 MHA 평판 상에 도말하고, 1µg 옥사실린 디스크를 평판의 중심에 놓았다. 평판을 뒤집고 35 내지 37°C에서 24시간 이상동안 배양하였다. 대조용 미생물인 스타필로코커스 아우레우스(ATCC 25923)를 이용하여 동시에 동일한 절차를 수행함으로써, 분석의 유효성을 확인하였다. 억제 구역(ZOI)의 해석은 확립된 미국 임상 검사 표준 위원회(NCCLS) 성능 기준에 기초하였다. 현재 공표되어 있는 바와 같이, (NCCLS 기준 M100-S21) ZOI 구획점은 10mm(가장 가까운 정수 mm로 어림함) 이하인 경우 내성임을 확인하고, 11 내지 12mm는 중간 내성으로 생각되며, 13mm 이상인 경우에는 감수성임을 확인한다.

[0317] 9. 미생물 확인 절차:

[0318] 담체 정량 대조용 평판으로부터 무작위적으로 선택된 콜로니 및 적용가능한 경우 시험 평판으로부터 무작위적으로 선택된 콜로니를, 혼준하는 SOP에 따라 콜로니 형태 및 그램 염색에 의해 확인하였다. 배양액 순도 대조용 평판을 이용하여 동일한 절차를 수행하였고, 순도에 대한 결과를 또한 문서화하였다.

[0319] 실시예 6

[0320] 구리 함유 복합 구조 고체 물질을 제조하는 방법: 연속 주입 방법

[0321] 다른 방법을 이용하여 본 발명의 복합 구조/고체 물질에 도달할 수 있는지의 여부를 확인하는 것이 또한 관심사였다. 이를 위하여, 무공극 주입을 위한 진공이 확립된 연속 오거계 캐스팅 장치를 제작하였는데, 이 기계는 제품의 구성성분을 혼합할 수 있었다.

[0322] 산화물과 과산화물의 혼합물(이는 촉매 작용을 가속화시키고 적절한 물질 경화를 제한하거나 억제할 수 있음)로 인한 때 이른 산화의 위험을 낮추기 위하여 오거 내의 물질의 혼합물의 가장 최후의 순간에 촉매를 도입할 수 있도록 디자인된 촉매 주입 시스템을 이용하여 기계를 제작하였다.

[0323] 캐스팅 기계가 모든 구성성분을 혼합하는데 중심 오거를 사용하기 때문에, 더 작은 오거를 통해 기계에 부착된 별도의 호퍼로부터 구성성분을 가져오기 위하여 더 작은 오거를 사용한다. 도 5는 본 발명의 연속 주입 방법의 구체화된 프로토콜을 기재하는 블록 디어그램을 제공한다. 구체화된 방법의 단계 1은 산화구리(산화제일구리 및/또는 산화제이구리)와 알루미나 삼수화물을 블렌딩하여(CuO/ATH) 균일한 혼합물을 수득함을 도시한다. 구체화된 방법의 단계 2는 CuO/ATH, PET 마스터배치 및 수지를 중심 오거로 수송하는 작은 오거의 사용을 기재한다. 이 양태에 따라, 중합체 수지, 산화제일구리, 산화제이구리 또는 이들의 조합을 함유하는 PET 마스터배치를 본원에 참고로 인용되는 국제 특허 공개 WO 2006/100665 호에 기재된 바와 같이 제조하고, 안료를 여기에 첨가할 수 있다. 물질을 블렌딩하고, 고온에서 압출시켜 산화구리 농도가 확인된 마스터배치 펠렛을 생성시킨다. 구체화된 방법의 단계 3은 중심 오거로 운송되는 모든 물질의 블렌딩을 기재한다. 이러한 혼합물을 몇몇 실시양

태에서는 진공하에 및/또는 가압하에 수송할 수 있다. 구체화된 방법의 단계 4는 블렌딩된 조성물의 압출/주입 및 적절한 고체 형태로의 성형/캐스팅을 기재한다. 일부 구체화된 양태에서, 이러한 주입은 경질 표면 캐스팅, 경화(예컨대, 회분식 공정), 절단, 마무리 및 이렇게 제조된 물질의 연마 등을 포함할 수 있다. 조성 및 색상을 위한 품질 제어 점검도 수행할 수 있다.

[0324] 일부 양태에서, 구체화된 프로토콜은 보다 큰 중심 혼합 오거로 공급되는 3개의 더 작은 오거, 즉 알루미나 삼수화물용의 작은 오거 1개, 100μ 내지 600μ 의 크기를 갖는 PET 블렌딩된 산화물 마스터배치 펠렛용의 작은 오거 1개, 및 산화제일구리용의 작은 오거 1개를 사용할 수 있다.

[0325] 미세한 마이크론 크기의 산화제일구리 및 그의 자가-결합 특성의 결과, 첨가되는 성분의 혼합 순서와 무관하게 산화제일구리 분말이 오거 시스템에 위치되는 경우, 분말은 오거 시스템 내에서 균일하게 이동하지 않고, 심지어 이동하지 않는 경우에도 오거에서 불균일하게 흡수되어 불균일하고 불균질한 혼합물을 생성시켰다. 또한, 산화물이 균일하게 혼합되지 않고 대신 스스로 응집되어 산화물의 투박한 구역이 생성되고 최종 마무리된 제품에서 줄무늬가 발생하고 활성 성분이 불균일하게 분포되기 때문에, 색상 분포 문제도 확인되었다. 요약하면, 산화물은 균일하게 분산되지 않고 스스로 혼합되어 결함이 있는 제품을 생성시키는 것으로 밝혀졌다.

[0326] 0.1μ 내지 20μ 의 마이크론 크기의 산화제일구리를 12 내지 20μ 의 마이크론 크기의 알루미나 삼수화물과 블렌딩하면, 생성되는 혼합물이 오거를 통한 산화제일구리의 전달 면에서 안정화되었을 뿐만 아니라 생성된 제품이 주형 및 최종 제품 내에서의 산화제일구리 물질의 균일한 분산을 나타내었다. 알루미나 삼수화물(ATH)/산화구리(산화물) 예비-블렌딩 방법은 30 내지 40분동안의 텀블 혼합, 블레이드 혼합 또는 리본 혼합을 이용하였다. 30분 미만동안 혼합을 수행하면, 균일한 블렌딩이 이루어지지 않았다.

[0327] 블렌딩된 ATH/산화물은 주입된 시트 전체를 통해 심미적인 면(예를 들어, 색상 면) 및 항균 효능 면에서 이상적인 균일한 분포를 허용하였다. (이 블렌딩된 비는 20:1 ATH 대 산화물 내지 1:2 ATH 대 산화물일 수 있다).

[0328] 따라서, 블렌딩 공정을 이용하여 산화구리와 ATH를 혼합함으로써, 산화구리가 ATH에 결합된 균일하고 안정한 혼합물을 생성시켰으며, 이 혼합물은 연속 캐스팅 기계 내에서 오거를 통해 더 작은 지정된 호퍼로부터 중심 혼합 오거로 이동하였다.

[0329] 작은 오거는 블렌딩된 혼합물을 ATH/산화물로 가득 찬 호퍼로부터 캐스팅 기계의 주 혼합 호퍼로 성공적으로 이동시켰으며, 여기에서 이들 혼합물은 진공하에서 상기 본원에 기재된 PET 마스터배치, 폴리에스터 MMA(10 내지 50중량%) 및 촉매(0.02 내지 4%)와 합쳐졌다. 이어, 혼합물을 캐스팅 성형시켰다. 생성되는 생성물은 항균 효능을 나타내는 활성 산화구리 성분의 균질한 분포를 갖는 균일한 복합체 시트를 생성시켰다.

[0330] 도 4A, 도 4B, 도 4C 및 도 4D는 본 발명의 구체화된 복합 고체 물질 전체에 걸친 구리 입자의 실질적으로 균일한 분포를 도시하는, 일련의 주사 전자 현미경 사진이다. 도 4A 및 도 4B는 본 발명의 구체화된 복합 고체 물질의 상부 표면의 대표적인 이미지를 도시하고, 도 4C 및 도 4D는 본 발명의 구체화된 복합 고체 물질의 바닥 표면의 대표적인 이미지를 도시한다.

[0331] EDS 또는 에너지 분광법은 주사 전자 현미경법(SEM)과 연결된 절차이며, 이 방법에서는 SEM으로부터의 산란된 전자를 모아 검출기를 통해 평가하는데, 이는 SEM에 의해 평가되는 샘플의 조성 결정을 용이하게 한다.

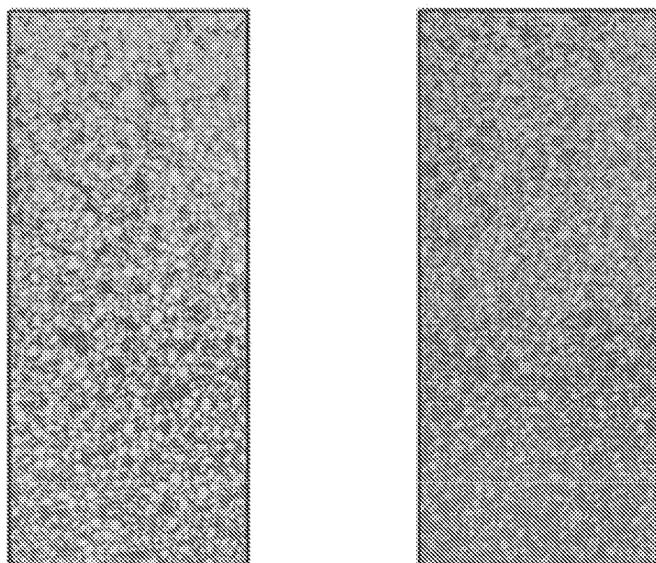
[0332] 도 4E는 EDS 결과를 제공하며, 이는 연속 주입 방법을 통해 제조된 샘플에서, 현미경 사진에서 보이는 입자가 구리 입자임을 확인시켜준다.

[0333] 산화제일구리를 폴리에스터 페이스트와 100:1 내지 4:1(페이스트 대 산화물)의 비로 블렌딩하면, 일정하고 균일한 페이스트로의 산화제일구리 블렌딩을 용이하게 하였으며, 상기 페이스트는 별도의 작은 혼합기로부터 연속 캐스팅 기계의 주 오거 내로 펌핑될 수 있었다.

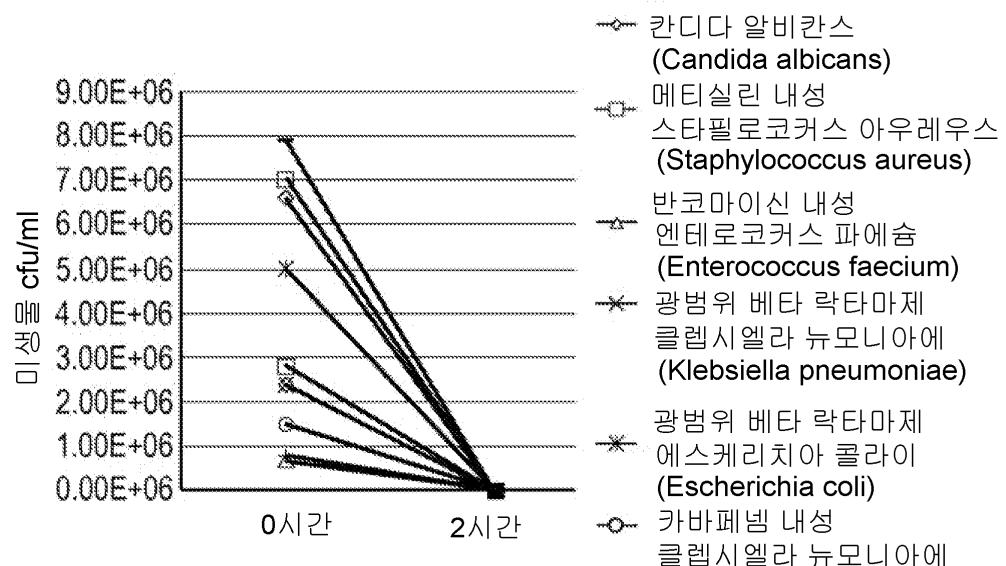
도면

도면1

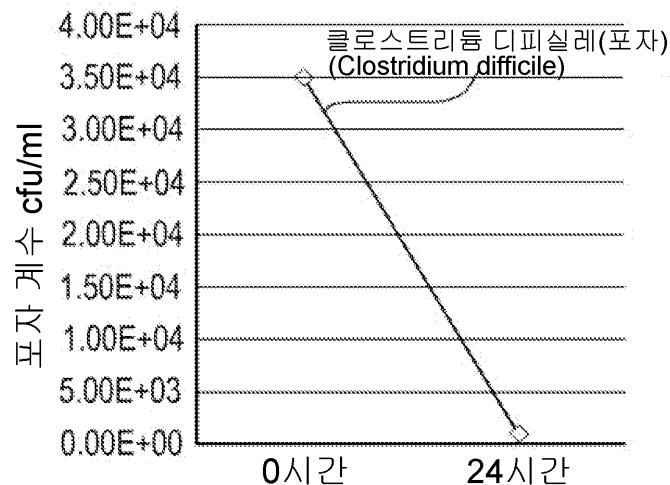
산화제일구리 함침된 중합체 수지
(폴리에스터)



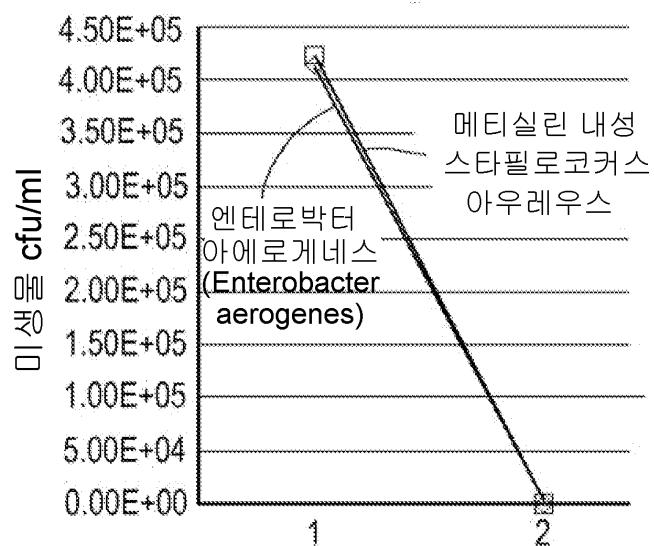
도면2a



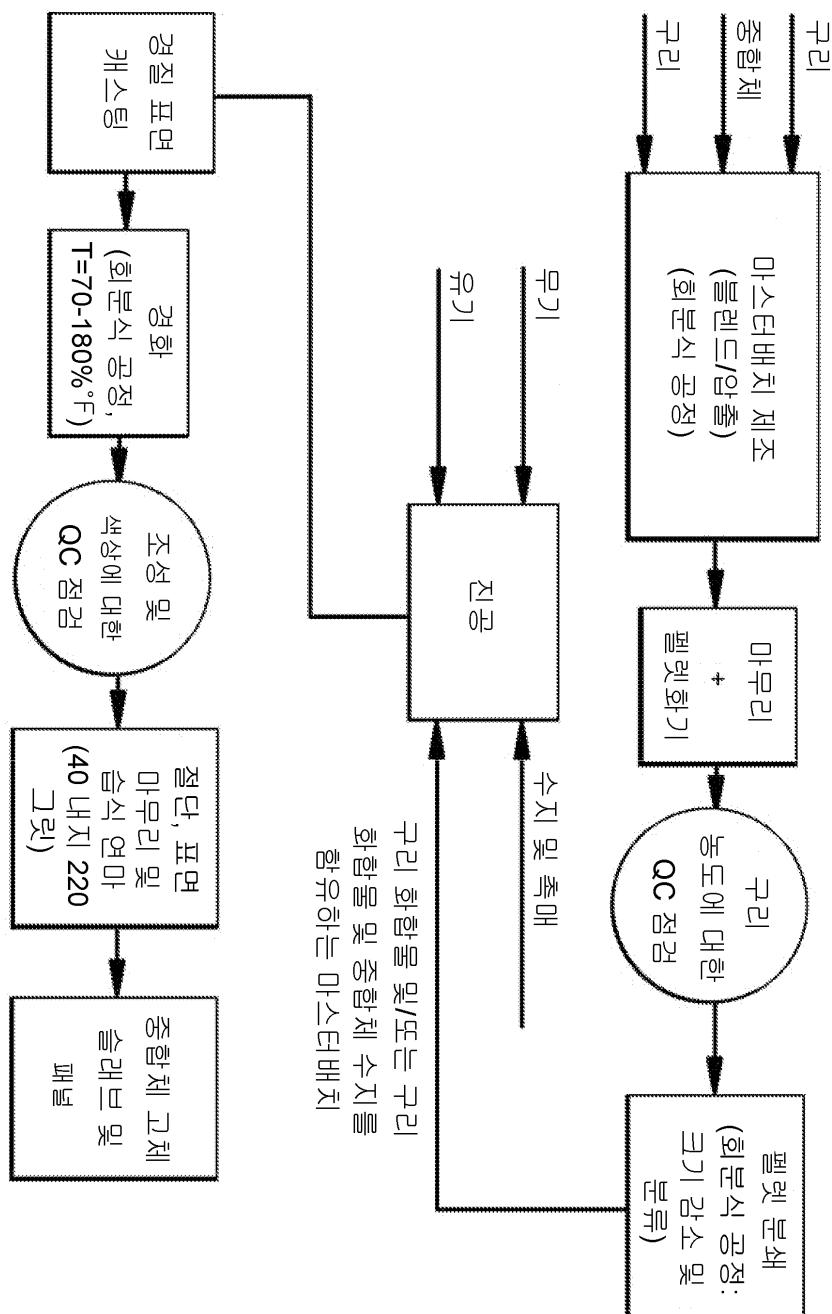
도면2b



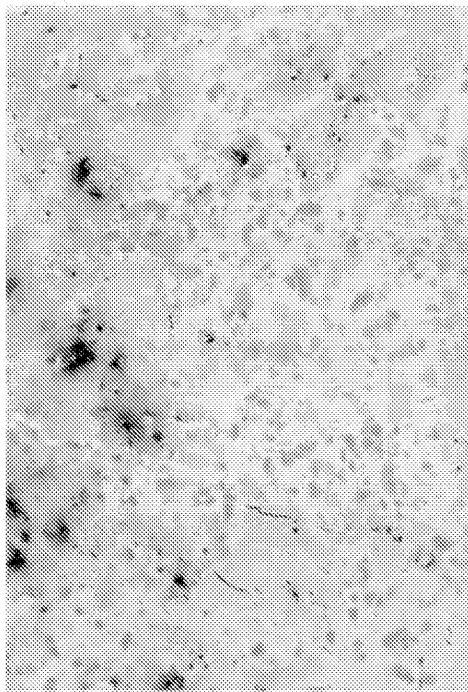
도면2c



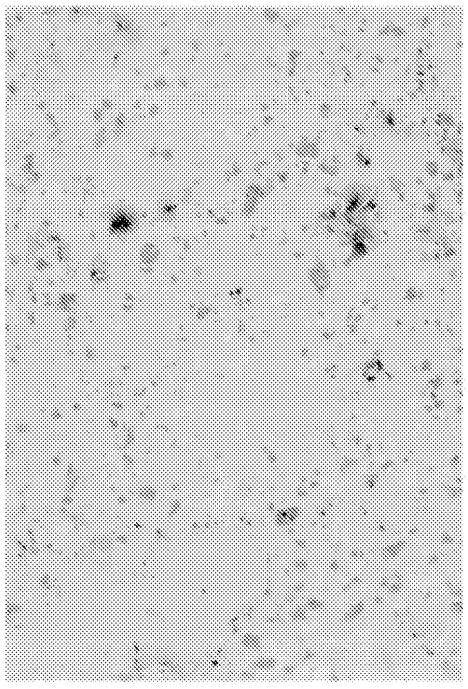
도면3



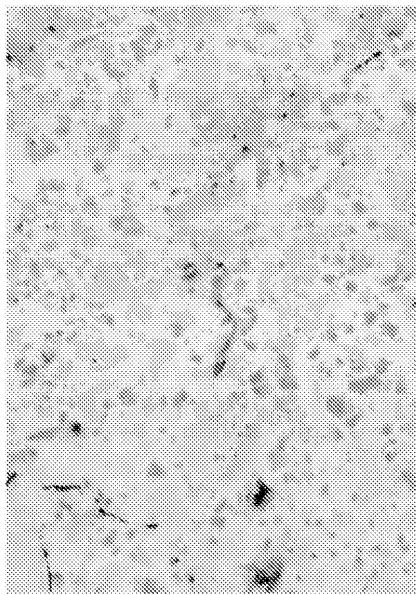
도면4a



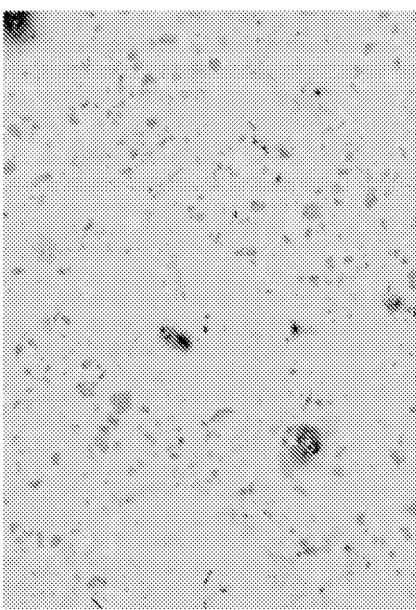
도면4b



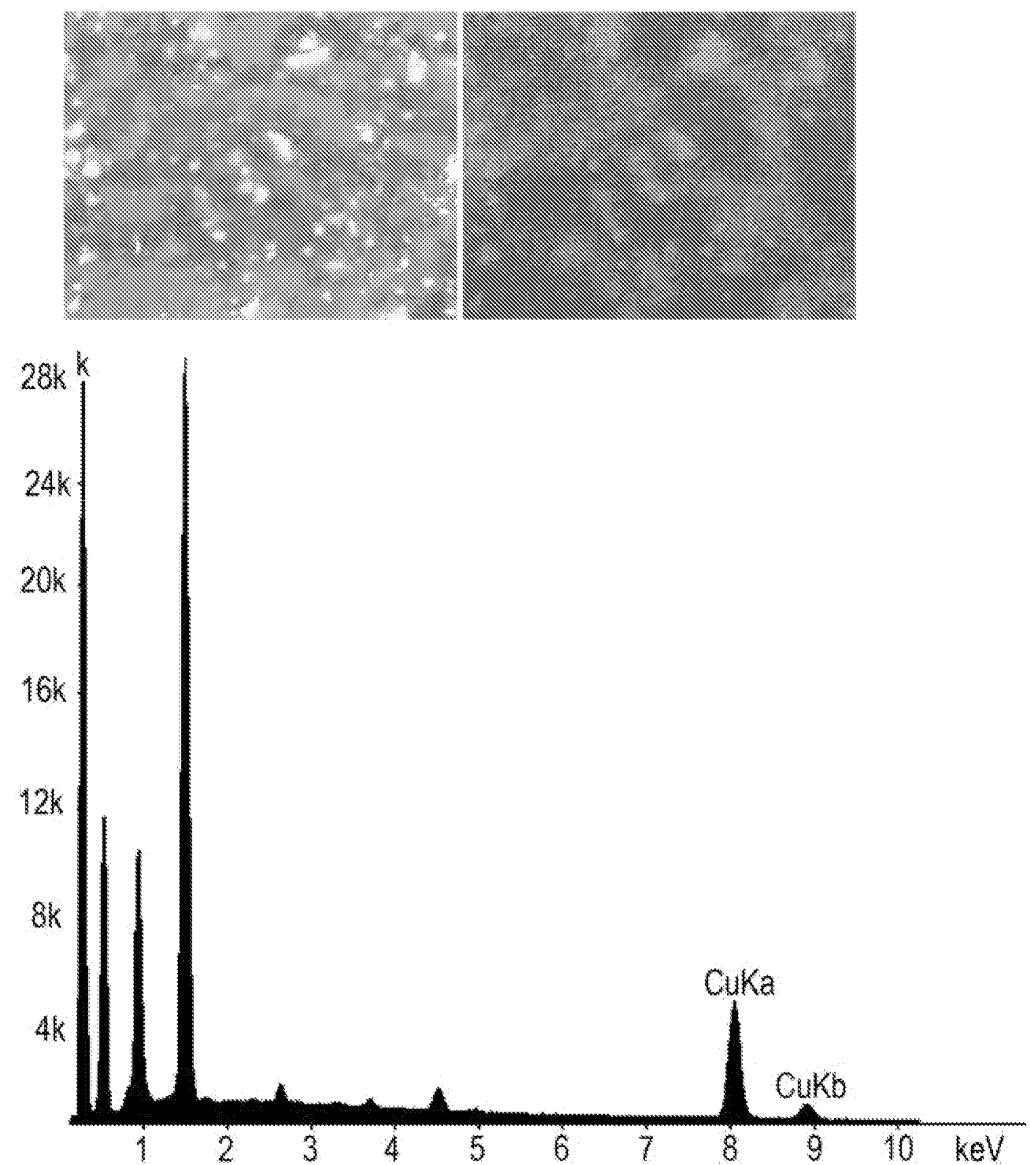
도면4c



도면4d



도면4e



도면5

