



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103724650 B

(45)授权公告日 2016.12.21

(21)申请号 201410012637.2

(22)申请日 2014.01.10

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 103724650 A

(43)申请公布日 2014.04.16

(30)优先权数据

102109966 2013.03.21 TW

(73)专利权人 百岳特生物科技(上海)有限公司

地址 200131 上海市浦东新区外高桥保税
区奥纳路188号3幢2层223部位

专利权人 百岳特生物技术(上海)有限公司
百岳特化妆品(上海)有限公司
百岳特国际贸易(上海)有限公司

(72)发明人 林咏翔 陈鸿霖

(74)专利代理机构 上海唯源专利代理有限公司

31229

代理人 曾耀先

(54)发明名称

生物纤维素膜制造方法

(57)摘要

本发明提供一种生物纤维素膜的制造方法，其包括：齐备一细菌纤维素，其是由可产生细菌纤维素的微生物经发酵培养而得；将该细菌纤维素置于含有水，且温度介于100℃至140℃、压力介于1.2kg/cm²至1.5kg/cm²的密闭空间历经25分钟至75分钟，以获得一膨润的细菌纤维素；将该膨润的细菌纤维素依序历经酸性溶液及水清洗至中性，以获得一生物纤维素膜。本发明所述的制造方法不但可缩短制程时间，且该细菌纤维素经膨润后可增加细菌纤维素的面积以降低成本。

(51)Int.Cl.

C08J 7/14(2006.01)

C08J 7/12(2006.01)

C08L 5/02(2006.01)

C12P 19/04(2006.01)

C12R 1/02(2006.01)

(56)对比文件

US 2007213522 A1,2007.09.13,

CN 102516576 A,2012.06.27,

CN 102604142 A,2012.07.25,

王敏等.“细菌纤维素膜的制备与性能”.《功能高分子学报》.2008,第21卷(第4期),第405-410页.

Bin Wei等.“Preparation and evaluation of a kind of bacterial cellulose dry films with antibacterial properties”.《Carbohydrate Polymers》.2010,第533-538页.

审查员 程星光

权利要求书1页 说明书4页 附图1页

齐备一细菌纤维素，其中该细菌纤维素系薄膜状，且系由可产生细菌纤维素之微生物经发酵培养所而得

将该细菌纤维素置于含有水，且温度介于100℃至140℃、压力介于1.2公斤/平方公分(kg/cm²)至1.5 kg/cm²之密闭空间历经25分钟至75分钟，以获得一膨润的细菌纤维素

将该膨润的细菌纤维素依序历经酸性溶液及水清洗至酸碱值为中性，以获得一生物纤维素膜

1. 一种生物纤维素膜的制造方法,其特征在于包括:

齐备一细菌纤维素,其中该细菌纤维素是薄膜状,且由可产生细菌纤维素的微生物经发酵培养而得;

将该细菌纤维素置于含有水且温度介于100℃至140℃、压力介于1.2kg/cm²至1.5kg/cm²的密闭空间历经25分钟至75分钟,以获得一膨润的细菌纤维素;

将该膨润的细菌纤维素依序历经酸性溶液及水清洗至酸碱值为中性,以获得一生物纤维素膜。

2. 如权利要求1所述的生物纤维素膜的制造方法,其特征在于:齐备一细菌纤维素的步骤更包括将一由可产生细菌纤维素的微生物所发酵培养产生的细菌纤维素予以离心及/或脱水。

3. 如权利要求1所述的生物纤维素膜的制造方法,其特征在于:齐备一细菌纤维素的步骤包括齐备厚度介于0.2mm至5mm的细菌纤维素。

4. 如权利要求1所述的生物纤维素膜的制造方法,其特征在于:所述可产生细菌纤维素的微生物是至少一种选自于由醋酸菌属、根瘤菌属、八迭球菌属、假单胞菌属、无色杆菌属、产碱菌属、产气杆菌属、固氮菌属及农杆菌属的菌种所构成的群组。

5. 如权利要求1所述的生物纤维素膜的制造方法,其特征在于:所述方法包括将细菌纤维素置于含有水,且温度为121℃、压力介于1.2kg/cm²至1.5kg/cm²的密闭容器中,历经30分钟。

6. 如权利要求1所述的生物纤维素膜的制造方法,其特征在于:所述膨润的细菌纤维素是由初始薄膜状膨胀2倍至4倍。

7. 如权利要求1所述的生物纤维素膜的制造方法,其特征在于:所述膨润的细菌纤维素依序历经酸性溶液及水清洗的步骤包括将该膨润的细菌纤维素置于一含有酸性溶液,且温度介于100℃至140℃的容器中,该膨润的细菌纤维素历经酸性溶液清洗25分钟至90分钟后,再以水清洗30分钟。

8. 如权利要求1所述的生物纤维素膜的制造方法,其特征在于:所述膨润的细菌纤维素依序历经酸性溶液及水清洗的步骤包括将该膨润的细菌纤维素置放于一含有酸性溶液,且温度为121℃的容器中,该膨润的细菌纤维素历经酸性溶液清洗30分钟后,再以水清洗30分钟。

9. 如权利要求1所述的生物纤维素膜的制造方法,其特征在于:所述酸性溶液是浓度为0.08wt%至0.3wt%的硫酸、盐酸、醋酸、柠檬酸或硝酸溶液。

10. 如权利要求7至9任一项所述的生物纤维素膜的制造方法,其特征在于:所述酸性溶液更包括一氯漂白剂,且该氯漂白剂是二氧化氯、次氯酸钠或次氯酸钙,且浓度介于0.1wt%至0.3wt%之间。

生物纤维素膜制造方法

技术领域

[0001] 本发明提供了一种关于生物纤维素膜的制造方法,尤指一种无须大量碱及/或酸性溶液清洗,且可缩短制程的生物纤维素膜制造方法。

背景技术

[0002] 细菌纤维素(bacterial cellulose,BC)是由可产生细菌纤维素的微生物合成所产生,由可产生细菌纤维素的微生物发酵而得的细菌纤维素原料,经适当处理后可得具有微细孔洞、高亲水能力、高机械强度以及极高生物兼容性(biocompatibility)等特性的生物纤维素膜,使生物纤维素膜广泛应用于各领域中,例如工业领域的过滤膜、食品工业的膳食纤维以及生医领域的人工皮肤、人工血管等用途。

[0003] 现有技术制造生物纤维素膜的方法,诸如美国专利第8,053,216所揭示,将可产生细菌纤维素(bacterial cellulose,BC)的微生物于适当条件发酵培养后,以获得含有细菌纤维素的细菌纤维素原料,该细菌纤维素原料以碱性溶液漂洗后,再以酸性溶液中和并清洗,使细菌纤维素的酸碱值至中性,以形成生物纤维素膜;上述制造生物纤维素膜的方法需使用大量碱性及/或酸性溶液分别处理细菌纤维素,容易产生二次废弃物而对环境造成不必要的伤害,且为求将细菌纤维素清洗至中性,此方法的制程时间相当长。

[0004] 又如美国专利第7,709,631所揭示,所获得的含有细菌纤维素的发酵培养混合物以2%-8%碱性溶液去除细菌菌体后,由于菌体于发酵培养过程中会使细菌纤维素呈黄褐色,故需再以0.25%过氧化氢(hydrogen peroxide)做为漂白剂漂白细菌纤维素,以获得生物纤维素膜;其中过氧化氢于碱性溶液中容易释放氧自由基而可加强漂白的效果,但氧化后的细菌纤维素会降低其拉伸强度,进而导致所制得的生物纤维素膜产生脆化的现象。

发明内容

[0005] 鉴于现有技术制备生物纤维素膜的缺失,故本发明的目的在于提供一种生物纤维素膜的制造方法,其无须大量碱性及/或酸性溶液分别处理所述的细菌纤维素,仅需简易的步骤,以酸性溶液处理细菌纤维素,即可于减缩的时间内获得生物纤维素膜。

[0006] 为达上述目的,本发明提供一种生物纤维素膜的制造方法,其包括:

[0007] 齐备一细菌纤维素,其中该细菌纤维素是薄膜状,且由可产生细菌纤维素的微生物经发酵培养而得;

[0008] 将该细菌纤维素置于含有水,且温度介于100℃至140℃、压力介于1.2kg/cm²至1.5kg/cm²的密闭空间历经25分钟至75分钟,以获得一膨润的细菌纤维素;

[0009] 将该膨润的细菌纤维素依序历经酸性溶液及水清洗至酸碱值为中性,以获得一生物纤维素膜。

[0010] 较佳的,所述的齐备一细菌纤维素的步骤包括齐备厚度介于0.2mm至5mm的细菌纤维素。

[0011] 较佳的,所述的可产生细菌纤维素的微生物是至少一种选自于由醋酸菌属

(Acetobacter)、根瘤菌属(Rhizobium)、八迭球菌属(Sarcina)、假单胞菌属(Pseudomounas)、无色杆菌属(Achromobacter)、产碱菌属(Alcaligenes)、产气杆菌属(Aerobacter)、固氮菌属(Azotobacter)及农杆菌属(Agrobacterium)的菌种所构成的群组。

[0012] 依据本发明，细菌纤维素是由可产生细菌纤维素的微生物置于一培养液中进行发酵培养而得；较佳的是，将可产生细菌纤维素的醋酸菌属菌(Acetobacter sp.)予以置于一酸碱值(pH值)介于0.5至6之间的胶体培养液中，并将含有该醋酸菌属菌的培养液充填入可堆栈的容器中并密封；待可产生细菌纤维素的醋酸菌属菌发酵完毕，即可于胶体培养液表面形成不溶于水的薄膜状的细菌纤维素；且该网状织体主要由 β -1,4聚葡萄糖(β -1,4glucan)所构成。

[0013] 依据本发明，“齐备一细菌纤维素”的步骤更包括将一由可产生细菌纤维素的微生物所发酵培养产生的细菌纤维素予以离心(centrifugation)及/或脱水(dehydration)，以去除该细菌纤维素于发酵培养时的培养液。

[0014] 较佳的，所述的膨润的细菌纤维素是指细菌纤维素由初始薄膜状膨胀2倍至4倍，以增加细菌纤维素的内部面积。

[0015] 更佳的，所述的制造方法更包括将该细菌纤维素置于含有水，且温度为121°C、压力介于1.2kg/cm²至1.5kg/cm²的密闭容器历经30分钟。

[0016] 较佳的，所述的该膨润的细菌纤维素依序历经酸性溶液及水清洗至酸碱值为中性的步骤包括将膨润的细菌纤维素置于一含有酸性溶液，且温度介于100°C至140°C的容器中，该膨润的细菌纤维素历经酸性溶液清洗25分钟至90分钟后，再以水清洗30分钟。

[0017] 更佳的，所述的膨润的细菌纤维素依序历经酸性溶液及水清洗至酸碱值为中性的步骤包括将膨润的细菌纤维素置于一含有酸性溶液，且温度为121°C的容器中，该膨润的细菌纤维素历经酸性溶液清洗30分钟后，再以水清洗30分钟。

[0018] 较佳的，所述的酸性溶液包括，但不限于浓度为0.08wt%至0.3wt%的硫酸(sulfur acid)、盐酸(hydrochloric acid)、醋酸(acetic acid)、柠檬酸(citric acid)及硝酸(nitric acid)溶液。

[0019] 较佳的，所述的酸性溶液更包括一氯漂白剂，且该氯漂白剂包括，但不限于二氧化氯(chlorine dioxide)、次氯酸钠(sodium hypochlorite)及次氯酸钙(calciun hypochlorite)，且浓度介于0.1wt%至0.3wt%之间，该氯漂白剂所释放的氯自由基(chlorine radical)可漂白细菌纤维膜，但不影响细菌纤维膜的拉伸强度。

[0020] 依据本发明，所述“保水度”如此处所述是指生物纤维素膜的干重与湿重的比例；“干重”如此处所述是将生物纤维素膜于50°C进行烘干，直至完全没有水份称为干重。

[0021] 本发明的生物纤维素膜的制造方法的优点在于：

[0022] 本发明所述的方法无须分别利用大量碱性溶液及/或酸性溶液处理，而仅需不大于3小时的时间即可获得具有漂白效果的生物纤维素膜，不但可缩短现有技术需3天漂洗的制程时间，亦可避免使用大量碱性溶液及/或酸性溶液冲洗而造成环境的污染。

[0023] 藉由将细菌纤维素置于封闭容器且所述的温度、压力及时间条件，使细菌纤维素的纤维间隙可因此膨胀湿润，并增加细菌纤维素的内部面积，以缩短后续步骤使用酸性溶液漂洗的时间；此外，细菌纤维素经膨润而增加体积后，可再将细菌纤维素以横向切割成多

片,以减少生产成本。

[0024] 细菌纤维素经膨润后,所述的温度、压力及时间条件可直接破坏微生物,不但可达到完全灭菌的效果,且当本发明所制得的生物纤维素膜应用做为人体兼容性材料时,可减少毒性,以提升生物纤维素膜的安全性。

[0025] 细菌纤维素经酸性溶液及水漂洗至中性后,所得的生物纤维素膜的pH值介于6.8至7.2,当本发明所制得的生物纤维素膜应用做为人体兼容性材料时,可降低皮肤排斥性。

附图说明

[0026] 图1为本发明的生物纤维素膜制造方法的流程图。

具体实施方式

[0027] 本发明将由下列的实施例做为进一步说明,这些实施例并不限制本发明前面所揭示的内容。熟习本发明的技艺者,可以做些许的改良与修饰,但不脱离本发明的范畴。

[0028] 实施例1. 制备细菌纤维素

[0029] 将醋酸菌(*Acetobacter sp.*)置于一pH值介于0.5至6之间的胶体培养液中,其中胶体培养液是至少一种选自于由动物胶、阿拉伯胶、洋菜胶或纳豆胶等胶体培养液所组成的群组;并将含有该醋酸菌的培养液充填入可堆栈的容器并密封;待可产生细菌纤维素的醋酸菌发酵完毕,即可于胶体培养液表面形成不溶于水的薄膜状的细菌纤维素;该细菌纤维素主要是由 β -1,4聚葡萄糖(β -1,4glucan)所构成;且该薄膜状的细菌纤维素的厚度介于0.2mm(公厘)至5mm之间。

[0030] 实施例2. 膨润条件测试

[0031] 如下列表1所示,将由实施例1所得的细菌纤维素置放于一含有水,且温度介于100°C至140°C、压力介于1.2kg/cm²(公斤/平方公分)至1.5kg/cm²的密闭容器中,分别历经25分钟至75分钟,以分别获得样品1至样品5的膨润的细菌纤维素。其中样品3的细菌纤维素于121°C,历经30分钟后,具有较佳的保水度,且保水度为干重的150倍至200倍。

[0032] 表1膨润条件测试

[0033]

	温度(°C)	时间(分钟)
样品1	100	75
样品2	110	60
样品3	121	30
样品4	130	25
样品5	140	25

[0034] 实施例3. 漂白条件测试

[0035] 如下列表2所示,将由实施例2所得的各膨润的细菌纤维素置放于一含有0.27wt%(重量百分比)柠檬酸及0.20wt%二氧化氯的溶液,且温度介于100°C至140°C的容器中,分别历经柠檬酸溶液清洗25分钟至90分钟,再以水清洗30分钟,以获得生物纤维素膜。并将各样品以Kent-Jones与Martin色泽等级仪(Kent-Jones and Martin color grader)于530nm(奈米)波长下测量漂白度,其中样品3的生物纤维素膜的漂白度介于-2至-3,与一般漂白效

果相当,且该生物纤维素膜的酸碱值(pH值)介于6.8至7.2。

[0036] 表2漂白条件测试

[0037]

	温度(℃)	时间(分钟)
样品1	100	90
样品2	110	80
样品3	121	30
样品4	130	25
样品5	140	25

[0038] 实施例4.对照测试

[0039] 现有技术所述的制程,是将所得的细菌纤维素经水洗后,并以酸性溶液漂洗24小时,再以碱性溶液漂洗24小时,并将所获得的生物纤维素膜做为对照组,另将由实施例1至3所获得的样品3的生物纤维素膜做为实验组;由表3可得知,以本发明所述的方法所制得生物纤维素膜不但保水度及拉伸力皆较对照组高,且本发明所述的方法可缩短制程时间。

[0040] 表3对照组与实验组的特征比较

[0041]

	对照组	实验组
保水度	159倍~187倍	167倍~191倍
拉伸力	2%~3%	4%~5%
漂白度	15.3%~17.1%	15.1%~16.9%
制程所需时间	36小时~48小时	1小时~1.5小时

[0042] 依据本发明,所述的“拉伸力”如此处所述是指将生物纤维素膜施以2kg(公斤)的拉力,并测量生物纤维素膜拉伸后长度与未拉伸长度的比例。

[0043] 依据本发明,所述的“漂白度”如此处所述是以全自动白度仪(型号:WSD-3)将对照组及实验组的生物纤维素膜于酸性溶液及水清洗前后进行漂白度测试的百分比(%)。

齐备一细菌纤维素，其中该细菌纤维素系薄膜状，且系由可产生细菌纤维素之微生物经发酵培养所而得



将该细菌纤维素置于含有水，且温度介于 100°C 至 140°C、压力介于 1.2 公斤/平方公分(kg/cm^2)至 1.5 kg/cm^2 之密闭空间历经 25 分钟至 75 分钟，以获得一膨润的细菌纤维素



将该膨润的细菌纤维素依序历经酸性溶液及水清洗至酸碱值为中性，以获得一生物纤维素膜

图1