(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0020062
(43) 공개일자 2024년02월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 3/12 (2006.01) *C08L 1/02* (2006.01)
C12P 19/04 (2006.01) *C12P 7/10* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08J 3/12 (2021.05)
C08L 1/02 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0098058
(22) 출원일자 2022년08월05일
심사청구일자 2022년08월05일

(71) 출원인
고려대학교 산학협력단
서울특별시 성북구 안암로 145, 고려대학교 (안암동5가)
(72) 발명자
한재준
서울특별시 서초구 잠원로8길 35 (잠원동, 래미안신반포 팰리스)
이정수
인천광역시 계양구 병방시장로61번길 1 (병방동)
(74) 대리인
특허법인 남앤남

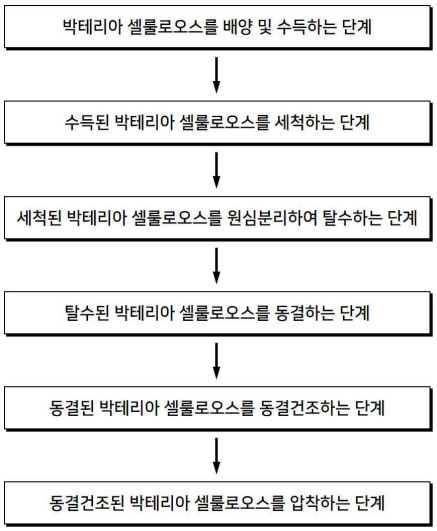
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 **수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스 및 이의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스의 제조방법; 상기 방법을 통해 제조된 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스; 상기 박테리아 셀룰로오스를 포함하는 흡수 물품; 및 상기 박테리아 셀룰로오스를 포함하는 필터에 관한 것이다. 본 발명의 제조방법은 박테리아 셀룰로오스를 전처리하는 공정(탈수 및 동결 처리) 및 전처리한 박테리아 셀룰로오스를 동결건조하는 공정을 통해 박테리아 셀룰로오스의 수분흡수능력과 기체투과도를 두드러지게 증대시킬 수 있다. 따라서 상기 방법으로 제조된 박테리아 셀룰로오스는 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 특성을 갖는바, 고흡수성 및 기체투과성을 요구하는 다양한 흡수 물품(육류 핏물 흡수 패드, 위생 패드, 토목·건축용 지수재 등) 및 필터(에어컨, 공기청정기, 제습기 등)에 유용하게 사용될 수 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C12P 19/04 (2013.01)
C12P 7/10 (2013.01)
C08J 2301/02 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

a) 박테리아 셀룰로오스를 준비하는 단계;

b) 준비된 박테리아 셀룰로오스를 전처리하는 단계; 및

c) 전처리한 박테리아 셀룰로오스를 동결건조하는 단계를 포함하는, 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 b) 단계에서 전처리는 박테리아 셀룰로오스를 탈수한 후 동결 처리하는 것을 특징으로 하는, 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스의 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 탈수는 원심분리를 통해 수분을 제거하는 것을 특징으로 하는, 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스의 제조방법.

청구항 4

제2항에 있어서,

상기 동결은 탈수된 박테리아 셀룰로오스를 -80℃에서 24 ~ 72시간 동안 동결 처리되는 것을 특징으로 하는, 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 c) 단계에서 동결건조는 -80℃에서 내부의 수분 함량이 4% 이하가 될 때까지 진행되는 것을 특징으로 하는, 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 c) 단계 이후 d) 동결건조된 박테리아 셀룰로오스를 압착하는 단계를 더 포함하는, 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스의 제조방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 따른 방법을 통해 제조되는 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스.

청구항 8

제8항의 박테리아 셀룰로오스를 유효성분으로 포함하는, 흡수 물품.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 흡수 물품은 육류 및 어류 핏물 흡수 패드, 위생 패드, 생리대, 기저귀, 요실금 패드, 토목·건축용 지수

재, 탈습제, 농업·원예용 토양보습제, 육묘용 시트, 의료용 하이드로겔 시트 및 화장용 하이드로겔 시트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종인 것을 특징으로 하는, 흡수 물품.

청구항 10

제8항의 박테리아 셀룰로오스를 유효성분으로 포함하는, 필터.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 필터는 에어컨 필터, 공기청정기 필터, 제습기 필터, 기체 분석기기용 필터 및 청소기 필터로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종인 것을 특징으로 하는, 필터.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스의 제조방법; 상기 방법을 통해 제조된 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스; 상기 박테리아 셀룰로오스를 포함하는 흡수 물품; 및 상기 박테리아 셀룰로오스를 포함하는 필터에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 셀룰로오스는 포도당(글루코스) 단위체들이 β-1, 4 글리코사이드 결합을 통해 선형으로 연결된 유기화합물로 $(C_6H_{10}O_5)_n$의 화학식을 갖는다. 셀룰로오스는 식물, 조류, 미생물 등이 원료가 된다. 이중 미생물에 의해 생산되는 셀룰로오스를 박테리아 셀룰로오스라고 칭한다.

[0003] 박테리아 셀룰로오스는 아세토박터(*Acetobacter*), 슈도모나스(*Pseudomonas*) 및 리조비움(*Rhizobium*) 속 등에 속하는 초산균의 생합성에 의해 생성되는 셀룰로오스이다. 탄소원 및 질소원 등의 영양성분이 포함된 액체배지에 초산균을 접종한 후 정치배양을 진행하면 배지와 기체 사이의 계면에 3차원 망상구조를 지니는 하이드로겔상의 피막이 형성되는데, 이것이 박테리아 셀룰로오스이다.

[0004] 박테리아 셀룰로오스는 셀룰로오스 외에도 헤미셀룰로오스, 리그닌, 펙틴 등의 불순물을 갖는 식물 유래 셀룰로오스와는 달리 순수 셀룰로오스로만 구성되므로 별도의 정제과정이 필요치 않다는 장점이 있다. 또한, 식물 유래 셀룰로오스와 비교하였을 때는 물론 다른 천연 폴리머(전분, 단백질, 검류 등)에 비해 상대적으로 높은 기계적 강도와 결정화도를 지니기 때문에 산업적으로 활용되기에 적합하다. 박테리아 셀룰로오스가 지니는 가장 큰 장점은 미국 FDA에 의해 '일반적으로 안전하다고 간주되는 물질(Generally Recognized As Safe; GRAS)'로 인정받은 가식성 식품 소재라는 것이다. 따라서 해당 소재는 가식성과 더불어 생분해성, 생체친화성, 환경친화성 등의 여러 가지 장점을 보유한다.

[0005] 종래의 각종 흡수 용품에 삽입되는 고흡수성수지(Super Absorbent Polymer, SAP)로는 폴리아크릴레이트라는 합성 고분자가 이용되고 있다. 그러나 해당 소재는 난분해성 소재로 자연 분해되는 데 수백 년 이상의 기간이 요구되어 환경 부하를 야기하고 미세 플라스틱을 발생시킨다는 문제점을 지닌다. 미세 플라스틱이란 5 ㎜ 이하의 플라스틱 미립자를 의미한다. 미세 플라스틱의 섭취 위험성은 해양생물 및 설치류에 대해 각종 장기의 조직학적·생화학적·기능적 이상, 운동성 감소, 성장 및 번식의 감퇴 등을 야기하는 것으로 보고되어 있으나, 인체에 대한 연구는 아직까지 초기 단계에 있으므로 미세 플라스틱이 인체에 미치는 유해성을 명확히 알 수는 없다. 그러나 어패류 및 설치류에 대한 연구 결과들을 바탕으로 많은 연구자들이 인간 또한 미세 플라스틱의 노출 및 섭취 정도에 따라 건강에 악영향을 받을 것으로 예측하고 있다. 이에 따라 기존의 SAP을 대체할 수 있는 천연 소재의 발굴 또는 개발이 요구되는 실정이다.

[0006] 한편, 박테리아 셀룰로오스의 3차원 망상구조는 박테리아 셀룰로오스가 물을 흡수할 시 팽윤을 야기하여 다량의 물 흡수를 가능케 한다. 즉, 박테리아 셀룰로오스는 수분흡수능력 및 함수율이 매우 우수한 하이드로겔 물질이다.

[0007] 이러한 배경 하에, 본 발명자는 분해성, 가식성, 무독성, 생체친화성, 환경친화성 등의 특장점을 지니고 있는 박테리아 셀룰로오스를 이용하여 천연 고흡수성 소재를 개발하고자 하였다. 그 결과 박테리아 셀룰로오스를 전처리하는 공정(탈수 및 동결 처리) 및 전처리한 박테리아 셀룰로오스를 동결건조하는 공정을 통해 박테리아 셀

룰로오스 제조하는 경우, 이렇게 제조된 박테리아 셀룰로오스가 수분흡수능력 및 기체투과도가 두드러지게 우수한 것을 확인함으로써 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 한국공개특허 제10-2021-0057490호

(특허문헌 0002) 한국공개특허 제10-2019-0004409호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 따라서 본 발명의 목적은 전처리 공정(탈수 및 동결 처리) 및 동결건조 공정을 통해 수분흡수능력과 기체투과도를 두드러지게 증대시킬 수 있는 박테리아 셀룰로오스의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0010] 본 발명의 다른 목적은 상기 방법으로 제조된 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스를 제공하는 것이다.

[0011] 본 발명의 또 다른 목적은 상기 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스를 포함하는 흡수 물품을 제공하는 것이다.

[0012] 본 발명의 또 다른 목적은 상기 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스를 유효성분으로 포함하는 필터를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0013] 상기와 같은 본 발명의 목적을 달성하기 위해서, 본 발명은 a) 박테리아 셀룰로오스를 준비하는 단계; b) 준비된 박테리아 셀룰로오스를 전처리하는 단계; 및 c) 전처리한 박테리아 셀룰로오스를 동결건조하는 단계를 포함하는, 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스의 제조방법을 제공한다.

[0014] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 b) 단계에서 전처리는 박테리아 셀룰로오스를 탈수한 후 동결 처리하는 단계일 수 있다.

[0015] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 탈수는 원심분리를 통해 수분을 제거하는 과정을 통해 이루어질 수 있다.

[0016] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 동결은 탈수된 박테리아 셀룰로오스를 -80℃에서 24 ~ 72시간 동안 동결하는 과정을 통해 이루어질 수 있다.

[0017] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 c) 단계에서 동결건조는 -80℃에서 내부의 수분 함량이 4% 이하가 될 때까지 진행될 수 있다.

[0018] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 c) 단계 이후 d) 동결건조된 박테리아 셀룰로오스를 압착하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0019] 또한, 본 발명은 상기 방법을 통해 제조되는 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스를 제공한다.

[0020] 또한, 본 발명은 상기 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스를 유효성분으로 포함하는 흡수 물품을 제공한다.

[0021] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 흡수 물품은 육류 및 어류 핏물 흡수 패드, 위생 패드, 생리대, 기저귀, 요실금 패드, 토목·건축용 지수재, 탈습제, 농업·원예용 토양보습제, 육묘용 시트, 의료용 하이드로겔 시트 및 및 화장용 하이드로겔 시트로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종일 수 있다.

[0022] 또한, 본 발명은 상기 수분흡수능력 및 기체투과도가 개선된 박테리아 셀룰로오스를 유효성분으로 포함하는 필터를 제공한다.

[0023] 본 발명의 일실시예에 있어서, 상기 필터는 에어컨 필터, 공기청정기 필터, 제습기 필터, 기체 분석기기용 필터 및 청소기 필터로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종일 수 있다.

발명의 효과

[0024] 본 발명의 제조방법은 박테리아 셀룰로오스를 전처리하는 공정(탈수 및 동결 처리) 및 전처리한 박테리아 셀룰로오스를 동결건조하는 공정을 통해 박테리아 셀룰로오스의 수분흡수능력과 기체투과도를 두드러지게 증대시킬 수 있다. 따라서 상기 방법으로 제조된 박테리아 셀룰로오스는 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 특성을 갖는바, 고흡수성 및 기체투과성을 요구하는 다양한 흡수 물품(육류 핏물 흡수 패드, 위생 패드, 토목·건축용 지수재 등) 및 필터(에어컨, 공기청정기, 제습기 등)에 유용하게 사용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0025] 도 1은 본 발명의 박테리아 셀룰로오스 시트의 제조방법을 간략하게 도식화한 것이다.

도 2는 본 발명의 <실시예 1>을 통해 제조되는 정치배양 중인 박테리아 셀룰로오스를 보여주는 사진이다.

도 3는 본 발명의 <실시예 1>을 통해 제조된 정치배양을 통해 수득한 박테리아 셀룰로오스의 사진이다.

도 4는 본 발명의 <실시예 1>을 통해 제조된 동결건조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 압착 전 사진이다.

도 5는 본 발명의 <실시예 1>을 통해 제조된 동결건조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 압착 후 사진이다.

도 6은 본 발명의 <비교예 1>을 통해 제조된 공기(일반)건조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 사진이다.

도 7은 본 발명의 <실시예 1> 및 <비교예1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 수분흡수능력을 측정한 결과이다.

도 8은 본 발명의 <실시예 1> 및 <비교예1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 수분에 대한 형태 안정성을 측정한 결과이다.

도 9는 본 발명의 <실시예 1> 및 <비교예1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 물 접촉각(°)을 측정한 결과이다.

도 10은 본 발명의 <실시예 1> 및 <비교예1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 표면 조도를 측정한 것이다.

도 11은 본 발명의 동결건조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 육류 핏물 흡수 패드로서의 응용 예시를 간략하게 도식화한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0026] 본 발명은 수분흡수능력과 기체투과도를 두드러지게 증대시킬 수 있는 박테리아 셀룰로오스의 제조방법을 제공한다.

[0027] 본 발명의 상기 방법은 a) 박테리아 셀룰로오스를 준비하는 단계; b) 준비된 박테리아 셀룰로오스를 전처리하는 단계; 및 c) 전처리한 박테리아 셀룰로오스를 동결건조하는 단계를 포함할 수 있다.

[0028] 본 발명의 제조방법에 있어서, 상기 a) 단계는 박테리아 셀룰로오스를 준비하는 단계로서, 자세하게는 박테리아 셀룰로오스 생성 균주를 탄소원 및 질소원을 포함하는 배양 배지에서 7일 이상 정치배양하여 박테리아 셀룰로오스를 수득한 다음, 수득한 박테리아 셀룰로오스를 증류수를 이용하여 세척을 완료하여 준비하는 단계이다.

[0029] 본 발명의 제조방법에 있어서, 상기 b) 단계는 박테리아 셀룰로오스를 전처리하는 단계로서, 자세하게는 상기 a) 단계를 통해 준비한 박테리아 셀룰로오스를 탈수(수분 제거)한 후 동결 처리하는 단계이다.

[0030] 본 발명의 일실시예에서, 상기 탈수(수분 제거)는 원심분리를 통해 이루어질 수 있으며, 예를 들어, 원심분리기를 이용하여 6,000 rpm 조건에서 20분간 원심분리를 통해 수분을 제거할 수 있다.

[0031] 본 발명의 제조방법에 있어서, 상기 전처리 단계에서 박테리아 셀룰로오스를 탈수(수분 제거)시키는 공정은 매우 중요한 요소이다. 박테리아 셀룰로오스를 그대로 냉동하게 되면 박테리아 셀룰로오스 내부의 수분이 급격하게 팽창하면서 박테리아 셀룰로오스 내·외부의 크랙 발생을 야기하므로 최종 제품의 품질이 저하되는 문제점이 생긴다. 따라서 동결건조 전 박테리아 셀룰로오스를 원심분리함으로써 일정량의 수분을 제거하는 공정이 필수적

이다.

[0032] 특히, 본 발명에서는 원심분리법을 이용하여 박테리아 셀룰로오스의 수분을 제거하는 것을 특징으로 한다. 수분을 제거하기 위한 다양한 방법들이 알려져 있으나, 압착법(압착기)을 통해 수분을 제거하는 경우 압착 과정에서 가해진 과도한 압력으로 인하여 박테리아 셀룰로오스 고유의 네트워크 구조가 붕괴될 수 있으며, 이는 동결건조 후의 낮은 다공성과 수분흡수력을 야기할 수 있다.

[0033] 이에, 본 발명에서는 압착법 대신 원심분리법을 이용하여 적절한 양의 수분만을 제거함으로써 전처리 후에도 박테리아 셀룰로오스 고유의 네트워크 구조를 유지할 수 있도록 하였으며, 이를 통해 동결건조 후 높은 다공성 및 수분흡수력을 갖게 된다.

[0034] 본 발명의 제조방법에 있어서, 상기 c) 단계는 전처리한 박테리아 셀룰로오스를 동결건조하는 단계로서, 자세하게는 상기 b) 단계를 통해 전처리 과정을 거친 박테리아 셀룰로오스를 -80℃에서 내부의 수분 함량이 4% 이하(약 3.7%)가 될 때까지 동결건조하는 단계이다.

[0035] 본 발명의 제조방법에 있어서, 상기 c) 단계 이후 추가적으로 d) 동결건조된 박테리아 셀룰로오스를 압착하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0036] 상기 d) 단계는 보다 얇은 두께와 평평한 표면을 갖는 박테리아 셀룰로오스를 얻기 위한 단계로서, 자세하게는 c) 단계를 통해 수득한 동결건조된 박테리아 셀룰로오스를 프레스머신을 이용하여 20 MPa 조건에서 5분간 압착하는 단계이다.

[0037] 본 발명의 제조방법에 있어서, 상기 d) 단계를 통해 매끄러운 표면 및 균일한 두께를 갖는 박테리아 셀룰로오스를 얻을 수 있는바, 최종적으로 제조되는 박테리아 셀룰로오스의 균일성을 확보함으로써 상품성을 향상시킬 수 있다.

[0038] 또한, 본 발명은 상기 방법을 통해 제조되는 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스를 제공한다.

[0039] 본 발명의 하기 실시예에서는, 상기 a) 내지 d) 단계를 통해 제조되는 박테리아 셀룰로오스의 수분흡수능력 및 기체투과도를 측정한 결과, 공기(일반)건조된 박테리아 셀룰로오스 대비 수분흡수능력이 16.5배 높으며(<실험예 1> 참조), 기체투과도가 600배 이상 우수함을 확인할 수 있었다(<실험예 3> 참조).

[0040] 또한, 본 발명은 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스를 유효성분으로 포함하는 흡수 물품을 제공한다.

[0041] 본 발명의 상기 흡수 물품은 육류 및 어류 핏물 흡수 패드, 위생 패드, 생리대, 기저귀, 요실금 패드, 토목·건축용 지수재, 탈습제, 농업·원예용 토양보습제, 육묘용 시트, 의료용 하이드로겔 시트 및 화장용 하이드로겔 시트(마스크팩) 등을 예시할 수 있으나, 특별히 그 종류를 한정하는 것은 아니다.

[0042] 본 발명의 일실시예에서, 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스를 건조된 상태에서 수분흡수 소재로 이용하는 경우 육류 및 어류 핏물 흡수 패드, 기저귀, 생리대, 위생패드, 토목·건축용 지수재 및 수분흡착(탈습)제 등으로 이용할 수 있다.

[0043] 본 발명의 다른 실시예에서, 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스를 수분을 흡수시켜 이용하는 경우 농업·원예용 토양보습제 및 육묘용 시트 등으로 이용할 수 있다.

[0044] 본 발명의 또 다른 실시예에서, 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스에 기능성 성분(상처치료, 주름개선, 미백, 항산화 등)이 분산된 용액을 흡수시켜 이용하는 경우 의료용 하이드로겔 시트 및 화장용 하이드로겔 시트(마스크팩) 등으로 이용할 수 있다.

[0045] 또한, 본 발명은 수분흡수능력 및 기체투과도가 우수한 박테리아 셀룰로오스를 유효성분으로 포함하는 필터를 제공한다.

[0046] 본 발명의 상기 필터는 에어컨 필터, 공기청정기 필터, 제습기 필터, 기체 분석기기용 필터 및 청소기 필터 등을 예시할 수 있으나, 특별히 그 종류를 한정하는 것은 아니다.

[0048] 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 본 발명을 보다 구체적으로 설

명하기 위한 것으로, 본 발명의 범위가 이들 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0050] **<실시예 1>**

[0051] **본 발명의 박테리아 셀룰로오스 시트 제조**

[0053] <1-1> 박테리아 셀룰로오스 배양 및 수득

[0054] 본 실험에서 사용된 박테리아 셀룰로오스 생성 균주는 아세토박터 자일리늄(*Acetobacter xylinum*; ATCC 11142)으로 만니톨 25 g/L, 효모추출물 5 g/L, 펩톤 3 g/L 조성의 액체 배양 배지에 접종하여 30℃ 조건에서 7일 이상 동안 정치배양 하였다.

[0056] <1-2> 박테리아 셀룰로오스 세척

[0057] 상기 실시예 <1-1>을 통해 제조된 박테리아 셀룰로오스는 일차적으로 수돗물에 여러 번 헹군 뒤 1 M 수산화나트륨 수용액에 침지한 후 80℃에서 2시간 동안 가열하였다. 이후 박테리아 셀룰로오스 표면이 중성이 될 때까지 다시 수돗물로 여러 번 세척하였고, 마지막 세척과정에서는 증류수로 헹궜다. 세척이 완료된 박테리아 셀룰로오스는 내부의 수분 증발을 방지하기 위하여 플라스틱 파우치에 넣은 뒤 증류수를 충진하여 냉장보관하였다.

[0059] <1-3> 박테리아 셀룰로오스 전처리 공정

[0060] 동결건조 전 전처리 공정으로 박테리아 셀룰로오스의 수분을 제거하고 동결하는 과정을 진행하였다. 상기 실시예 <1-2>를 통해 수득한 박테리아 셀룰로오스를 그대로 냉동하게 되면 박테리아 셀룰로오스 내부의 수분이 급격하게 팽창하면서 박테리아 셀룰로오스 내·외부의 크랙 발생을 야기하므로 최종 제품의 품질을 저하시킨다. 따라서 동결건조 전 박테리아 셀룰로오스를 원심분리함으로써 일정량의 수분을 제거하는 공정이 필수적이다. 보다 자세한 공정은 다음과 같다. 수득된 박테리아 셀룰로오스를 원심분리기(Himac CR22N; 히타치, 도쿄, 일본)를 이용하여 6,000 rpm 조건에서 20분간 원심분리하였으며, 탈수된 박테리아 셀룰로오스를 초저온냉동고(CLN-52U; 니혼프리저, 사이타마, 일본)를 이용하여 -80℃에서 48시간 이상 동안 동결하였다.

[0062] <1-4> 박테리아 셀룰로오스 동결건조 공정

[0063] 상기 실시예 <1-3>을 통해 수득한 박테리아 셀룰로오스를 동결건조기(FDU-2110; 도쿄 리카키카이. 도쿄, 일본)를 이용하여 -80℃에서 내부의 수분 함량이 4% 이하가 될 때까지 72간 이상 동안 건조하였다.

[0065] <1-5> 동결건조된 박테리아 셀룰로오스의 압착 공정

[0066] 보다 얇은 두께와 평평한 표면을 갖는 시트를 얻기 위해서는 압착 공정을 추가로 진행하였다. 본 실험에서는 상기 실시예 <1-4>를 통해 수득한 동결건조된 박테리아 셀룰로오스를 프레스머신(QM900S; 큐머시스, 의왕, 경기, 대한민국)을 이용하여 20 MPa 조건에서 5분간 압착시킴으로써 얇은 두께와 평평한 표면을 지니는 시트를 완성하였다.

[0068] **<비교예 1>**

[0069] **공기(일반)건조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 제조**

[0070] 상기 실시예 <1-2>를 통해 수득한 박테리아 셀룰로오스를 25℃에서 24시간 건조함으로써 본 발명의 동결건조된 박테리아 셀룰로오스의 비교예로서 공기(일반)건조된 박테리아 셀룰로오스 시트를 제조하였다.

[0072] **<실험예 1>**

[0073] **박테리아 셀룰로오스 시트의 수분흡수능력 측정**

[0074] 본 실험에서는 상기 <실시예 1> 및 <비교예1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 수분흡수능력을 측정하였다.

[0075] 자세하게는, 미리 칭량한 시트(20×20 mm)를 50 mL의 증류수에 침지한 후 25℃에서 24시간 동안 방치하였다. 이후 수분을 흡수하여 팽윤된 시트를 꺼내어 양쪽 면에 필터페이퍼를 30초 동안 부착시킴으로써 시트 표면의 수분을 제거한 다음 무게를 측정하였다. 시트의 수분흡수력은 다음의 식을 이용하여 계산하였다.

[0076] 수분 흡수력 (Swelling index (%)) = $(W_s-W_d)/W_d\times100$

[0077] 여기서 W_s는 팽윤된 시트의 무게(mg)이며, W_d는 팽윤 전 건조된 상태의 시트의 무게(mg)이다.

[0078] 그 결과 도 7 및 표 1에서 나타낸 바와 같이, 공기(자연)건조된 박테리아 셀룰로오스 시트와 동결건조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 수분흡수능력은 각각 84.98 ± 3.67%와 1403.90 ± 89.46%로, 동결건조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 수분흡수능력이 공기(자연)건조된 것에 비해 약 16.5배 더 높은 것으로 나타났다. 이와 같은 결과는 <비교예 1>의 경우 공기(자연)건조되며 수분이 증발함에 따라 박테리아 셀룰로오스 체인들이 조밀하게 압착되었지만, <실시예 1>의 동결건조된 박테리아 셀룰로오스 시트는 동결건조에 의해 수분이 존재했던 자리에 공극이 발생하며 다공성 구조가 되었기 때문에 야기되었다.

표 1

[0080] 박테리아 셀룰로오스 시트의 수분흡수력 (Swelling index (%))

시료	수분흡수력 (%)
<실시예 1>	1403.90 ± 89.46
<비교예 1>	84.98 ± 3.67

[0082] **<실험예 2>**

[0083] **박테리아 셀룰로오스 시트의 수분용해도 측정 및 수분에 대한 형태 안정성 분석**

[0084] 수분흡수제로 활용되기 위해서는 수분과 접촉하였을 때 성분이 수분에 용해되어 용출되지 않을 뿐더러 붕괴 또는 붕해되지 않아야 한다. 이에, 본 실험에서는 박테리아 셀룰로오스 시트가 수분흡수제로 활용될 수 있는 조건을 지녔는지의 여부를 알아보고자 수분용해도와 더불어 수분에 대한 형태 안정성 분석을 실시하였다.

[0086] <2-1> 수분용해도

[0087] 상기 <실시예 1> 및 <비교예1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 수분용해도를 측정하였다. 자세하게는, 시트(20 × 20 mm)를 드라잉오븐(VS-41720; 비전과학, 대전, 대한민국)을 이용하여 105℃에서 24시간 동안 가열건조하고 건조된 시트의 중량을 측정하였다. 이후 건조된 시트를 50 mL의 증류수에 침지한 후 25℃에서 24시간 동안 방치하여 용해를 유도하였다. 젖은 상태의 시트를 드라잉오븐(VS-41720; 비전과학, 대전, 대한민국)을 이용하여 105℃에서 24시간 동안 다시 가열건조하고 건조된 시트의 중량을 측정하였다. 시트의 수분용해도는 다음의 식을 이용하여 계산되었다.

[0088] 수분 용해도 (Water solubility (%)) = $(W_f-W_i)/W_i\times100$

[0089] 여기서 W_f는 시트의 최종 무게(mg)이며, W_i는 시트의 초기 무게(mg)이다.

[0090] 그 결과 하기 표 2에서 나타낸 바와 같다. 상기 <실시예 1> 및 <비교예 1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트는 둘 다 수분용해도가 '0'으로 측정되어 수불용성을 지니고 있는 것으로 확인되었다.

표 2

[0092] 박테리아 셀룰로오스 시트의 수분용해도 (Water solubility (%))

시료	수분용해도 (%)
<실시예 1>	0
<비교예 1>	0

[0094] <2-2> 수분에 대한 형태 안정성

[0095] 상기 <실시예 1> 및 <비교예1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 수분에 대한 형태 안정성을 분석하였다. 자세하게는, 시트(20×20 ㎜)를 50 mL의 증류수에 침지한 후 25℃에서 24시간 동안 방치하였다. 이후 수분을 흡수하여 팽윤된 시트를 핀셋으로 꺼내어 외관 형태를 촬영하였다.

[0096] 그 결과 도 8에서 나타낸 바와 같이, 상기 <실시예 1> 및 <비교예 1>을 통해 각각 제조된 시트 둘 다 증류수에 24시간 동안 침지하였음에도 불구하고 수분에 의해 붕괴 또는 붕해되지 않고 안정한 것을 확인하였다.

[0098] 상기 결과를 종합하였을 때, 본 발명의 동결건조 박테리아 셀룰로오스 시트의 경우 수분에 용해되어 용출되지 않으며, 수분에 의해 형태가 붕괴되지 않는 형태 안정성을 갖는바, 수분흡수제로 활용될 수 있는 조건을 지녔음을 확인할 수 있었다.

[0100] **<실험예 3>**

[0101] **박테리아 셀룰로오스 시트의 기체투과도 분석**

[0102] 에어컨, 공기청정기, 제습기, 공조장치, 기체 분석기기(기체를 시료로 하는 분석장비), 청소기 외 기체를 흡수 또는 순환시키는 기타 기계장비의 필터 등으로 활용되기 위한 소재는 우수한 기체투과도를 지녀야 한다. 필터의 고유한 성질 중의 하나가 우수한 기체투과도이기 때문이다.

[0103] 따라서 박테리아 셀룰로오스 시트를 필터로 활용할 수 있음을 증명하기 위하여 상기 <실시예 1> 및 <비교예 1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 산소투과도를 분석하였다. 시트의 산소투과도를 산소투과도 분석기(OX-TRAN 2/22 H, 모콘, 브루클린파크, 미네소타, 미국)를 이용하여 50% 상대습도 조건에서 분석하였다.

[0104] 그 결과 하기 표 3에서 나타낸 바와 같이, <비교예 1>을 통해 제조된 시트의 산소투과도는 250.74 ± 12.80 cc · ㎛/m^2 · day · atm로 높은 산소차단성(= 낮은 기체투과성)을 지니고 있는 것으로 확인되었다. 반면에, <실시예 1>을 통해 제조된 본 발명의 동결건조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 산소투과도는 148,800 cc · ㎛/m^2 · day · atm 이상의 산소투과도 수치를 나타냄으로써 매우 높은 기체투과성을 지니고 있는 것으로 분석되었다.

[0105] 상기와 같은 결과를 통해, <비교예 1>에 해당하는 공기(자연)건조된 박테리아 셀룰로오스 시트는 기체투과도가 낮아 필터 소재로 활용되기 부적합한 반면, 본 발명의 동결건조된 박테리아 셀룰로오스 시트는 우수한 기체투과도를 지녀 필터 소재로 활용되기 적합함을 확인할 수 있었다.

표 3

[0107] 박테리아 셀룰로오스 시트의 산소투과도

시료	산소투과도 (cc · ㎛/m^2 · day · atm)
<실시예 1>	250.74 ± 12.80
<비교예 1>	148,800 이상

[0109] **<실험예 4>**

[0110] **박테리아 셀룰로오스 시트의 물 접촉각 측정**

[0111] 접촉각은 고체 시료 위에 부착된 액체 시료가 고체 시료의 표면과 이루는 내각의 크기를 의미한다. 사용된 액체 시료가 물(증류수)일 경우, 이의 접촉각 (물 접촉각)을 이용하여 고체 시료 표면의 친수성 및 습윤성을 평가할 수 있다. 물 접촉각이 작을수록 물이 시료 표면에 부착되려는 성질 큰 것이므로 고체 시료의 친수성 또는 습윤성이 높다고 평가된다. 반면, 물 접촉각이 클수록 물이 시료 표면에 반발하려는 성질이 큰 것이므로 고체 시료의 친수성 또는 습윤성이 낮다고 평가된다. 자세하게는, 고체 시료의 물 접촉각이 < 10° 이면 초친수성, < 30° 이면 친수성, > 90° 이면 소수성, > 150° 이면 초소수성을 지닌 것으로 분류된다.

[0112] 따라서 박테리아 셀룰로오스 시트의 우수한 표면 친수성 및 습윤성을 증명하기 위하여 상기 <실시예 1> 및 <비교예1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 물 접촉각을 측정하였다. 자세하게는, 접촉각 측정기(Phoenix-MT(T), 에스이오, 수원, 경기, 대한민국)를 이용하였다. 사용된 용액은 증류수이며 각 샘플의 표면에 3 μL를 떨어뜨려 접촉각을 측정하였다.

[0113] 그 결과 도 9 및 표 4에서 나타낸 바와 같이, <실시예 1>을 통해 제조된 본 발명의 동결건조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 물 접촉각은 18.49 ±0.24로 우수한 친수성 및 습윤성을 지니고 있는 것으로 확인되었다. 반면에, <비교예 1>을 통해 제조된 시트의 물 접촉각은 43.04 ±0.11 수치를 나타냄으로써 친수성을 지니지 않는 것으로 평가되었다.

표 4

[0115] 박테리아 셀룰로오스 시트의 물 접촉각

시료	물접촉각 (°)
<실시예 1>	18.49 ± 0.24
<비교예 1>	43.04 ± 0.11

[0117] **<실험예 5>**

[0118] **박테리아 셀룰로오스 시트의 표면 조도 측정**

[0119] 박테리아 셀룰로오스 시트가 평평한 표면을 지님을 증명하기 위하여 상기 <실시예 1> 및 <비교예1>을 통해 각각 제조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 표면 조도(거칠기)를 표면 조도 측정기(DektakXT Stylus Profiler; 브루커, 빌레리카, 메사추세츠, 미국)를 이용하여 측정하였다. 표면 조도가 낮을수록 시료의 표면이 평평하고 두께가 균일함을 나타내므로 치수 안정성이 우수함을 의미한다.

[0120] 그 결과 도 10 및 표 5에서 나타낸 바와 같이, <실시예 1>을 통해 제조된 본 발명의 동결건조된 박테리아 셀룰로오스 시트의 표면 조도는 0.36으로 확인되었다. 한편, <비교예 1>을 통해 제조된 시트의 표면 조도는 0.39로 <실시예1>의 시트 보다 높았다. 즉, <실시예 1>의 시트의 표면이 <비교예 1> 보다 평평하였다.

[0121] 또한, 구체적인 실험 수치로 제시하지는 않았지만, 본 발명의 동결건조 후 박테리아 셀룰로오스 시트(압착전)(도 4 참조)와 동결건조 후 압착된 박테리아 셀룰로오스(도 5 참조)의 외관 형태를 비교할 때, 별도의 표면 조도 측정 없이 육안상으로도 압착 후의 시트가 압착 전 보다 훨씬 표면 조도가 낮음(=평평함)을 명확하게 확인할 수 있었다.

[0122] 상기와 같은 결과를 통해, 본 발명에서는 상기 실시예 <1-5>의 압착 공정을 통해 최종적으로 제조되는 박테리아 셀룰로오스의 두께 균일성과 치수 안정성을 확보함으로써 우수한 상품성을 도출할 수 있음을 확인할 수 있었다.

표 5

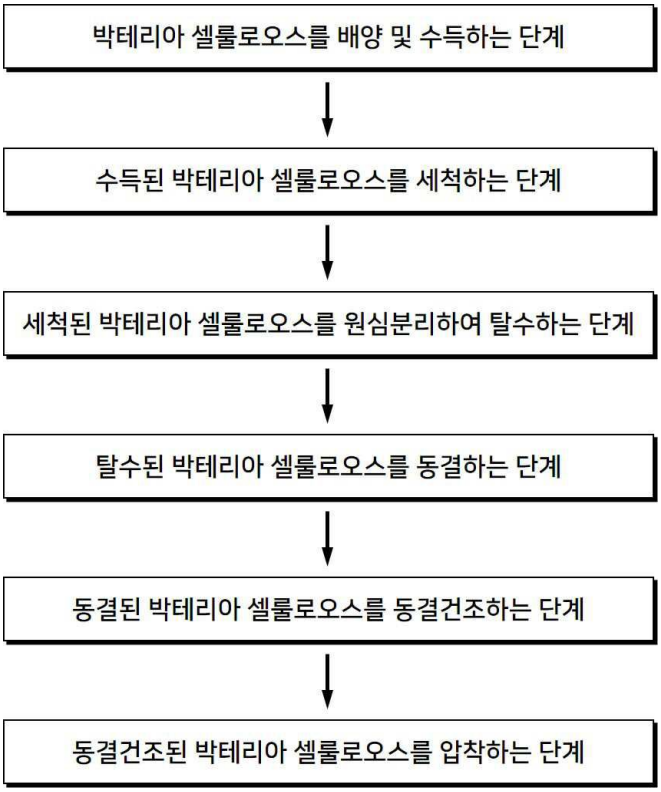
[0124] 박테리아 셀룰로오스 시트의 표면 조도

시료	표면 조도 (㎛)
<실시예 1>	0.36
<비교예 1>	0.39

[0126] 이제까지 본 발명에 대하여 그 바람직한 실시예들을 중심으로 살펴보았다. 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 본 발명의 본질적인 특성에서 벗어나지 않는 범위에서 변형된 형태로 구현될 수 있음을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 개시된 실시예들은 한정적인 관점이 아니라 설명적인 관점에서 고려되어야 한다. 본 발명의 범위는 전술한 설명이 아니라 특허청구범위에 나타나 있으며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 차이점은 본 발명에 포함된 것으로 해석되어야 할 것이다.

도면

도면1

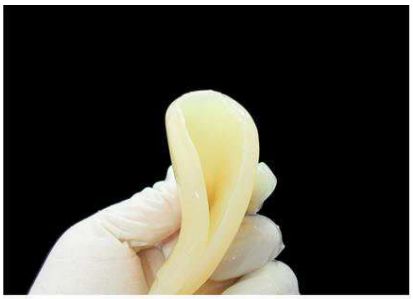


도면2



정치배양 중인 박테리아 셀룰로오스

도면3



수득된 박테리아 셀룰로오스

도면4



동결건조된 박테리아 셀룰로오스
(압착 전)

도면5



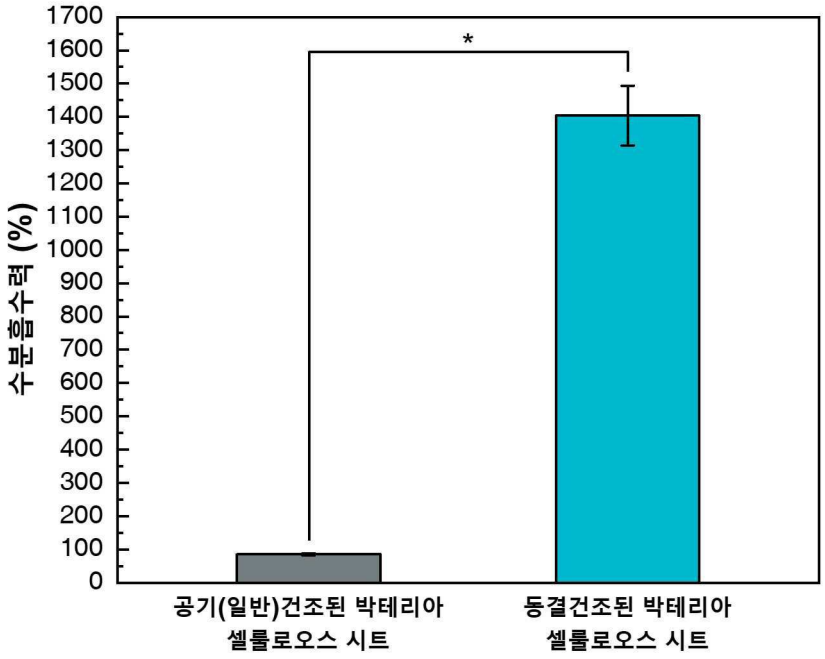
동결건조 후 압착된
박테리아 셀룰로오스

도면6

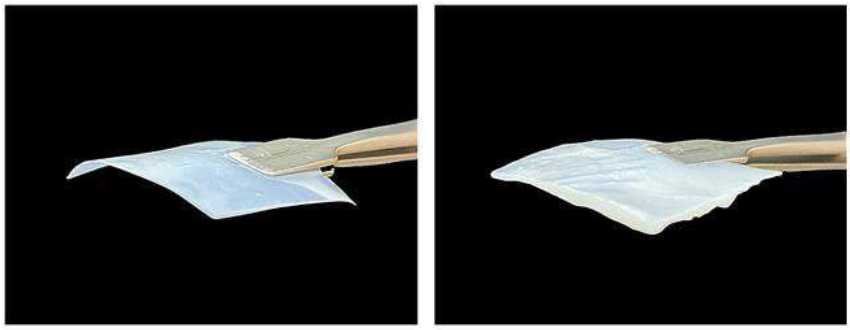


공기(일반)건조된
박테리아 셀룰로오스

도면7



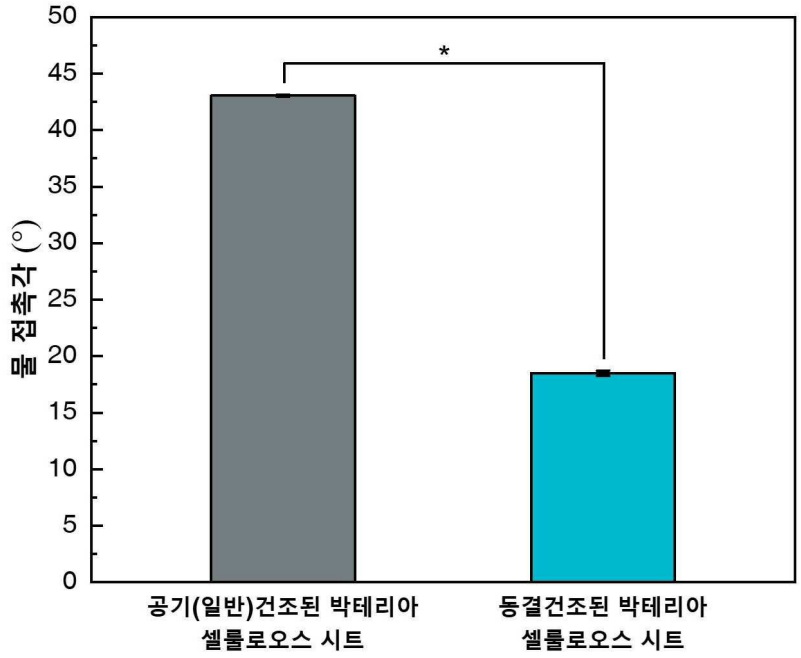
도면8



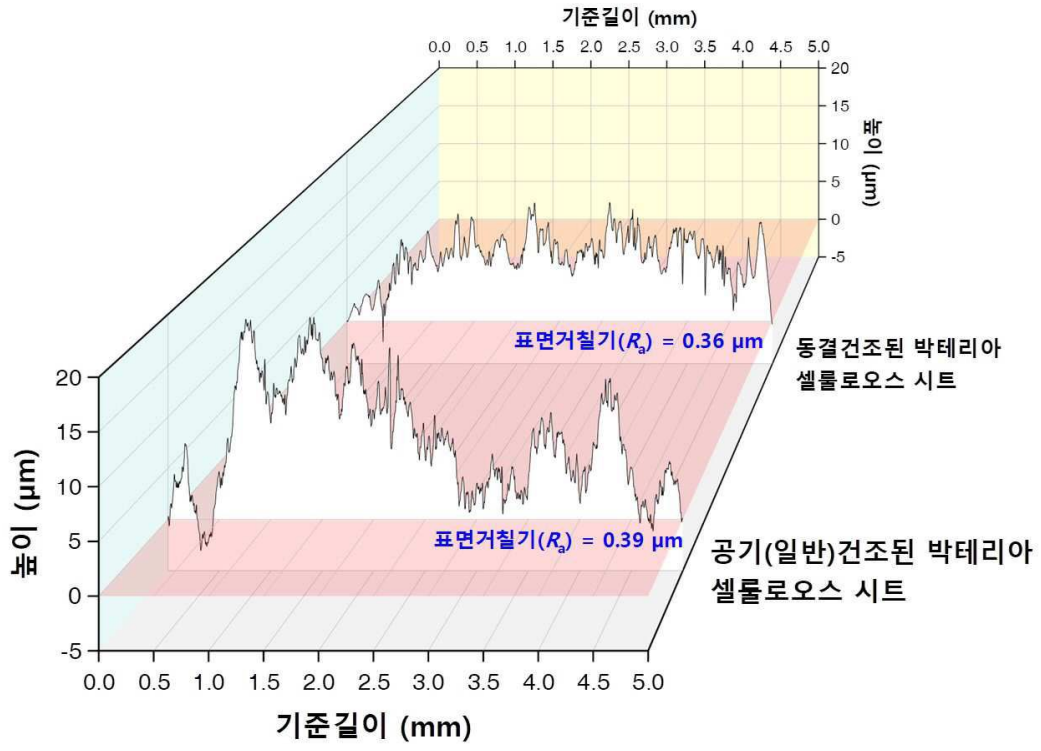
증류수에 24시간 침지된 후의
공기(일반)건조된 박테리아 셀룰로오스

증류수에 24시간 침지된 후의
동결건조된 박테리아 셀룰로오스

도면9


50
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
물 접촉각 (°)
*
공기(일반)건조된 박테리아
셀룰로오스 시트
동결건조된 박테리아
셀룰로오스 시트

도면10


기준길이 (mm)
0.0 0.5 1.0 1.5 2.0 2.5 3.0 3.5 4.0 4.5 5.0
20
15
10
5
0
-5
높이 (μm)
표면거칠기(R_a) = 0.36 μm
동결건조된 박테리아
셀룰로오스 시트
표면거칠기(R_a) = 0.39 μm
공기(일반)건조된 박테리아
셀룰로오스 시트
높이 (μm)
기준길이 (mm)

도면11

≪ 육류 핏물 흡수 패드로의 응용 예시 ≫

