



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0017288
(43) 공개일자 2023년02월03일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A61L 26/00 (2006.01) *A61L 15/46* (2006.01)
A61L 15/58 (2006.01) *A61L 15/60* (2006.01)
B01J 21/08 (2006.01) *B01J 31/12* (2006.01)
B01J 31/16 (2006.01) *B01J 31/22* (2006.01)
C07F 15/00 (2006.01) *C07F 7/08* (2006.01)
C09J 183/04 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
A61L 26/0095 (2013.01)
A61L 15/46 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2022-7045974
- (22) 출원일자(국제) 2021년05월25일
 심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2022년12월27일
- (86) 국제출원번호 PCT/IB2021/054518
- (87) 국제공개번호 WO 2021/240357
 국제공개일자 2021년12월02일
- (30) 우선권주장
 16/885,366 2020년05월28일 미국(US)
 17/327,952 2021년05월24일 미국(US)

- (71) 출원인
 에디컨인코포레이티드
 미국 뉴저지 08869 라리탄 유에스 하이웨이 202
 1000
- (72) 발명자
 어우 완 리
 미국 뉴저지주 08876 소머빌 유.에스. 루트 22
 피.오. 박스 151
 크리크수노브 레오 비.
 미국 뉴저지주 08876 소머빌 유.에스. 루트 22
 피.오. 박스 151
 퀸테로 줄리안
 미국 뉴저지주 08876 소머빌 유.에스. 루트 22
 피.오. 박스 151
- (74) 대리인
 장훈

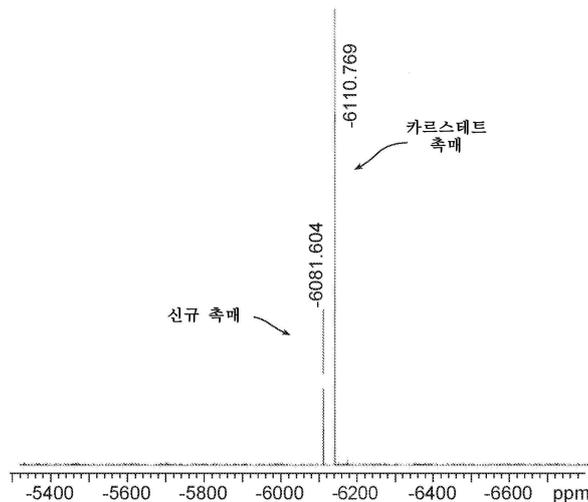
전체 청구항 수 : 총 32 항

(54) 발명의 명칭 **신규한 항미생물 국소 피부 봉합 조성물 및 시스템**

(57) 요약

항미생물 효과를 갖는 상처 봉합을 위한 신규한 조성물 및 시스템이 개시된다. 조성물은 개선된 가요성 및 탄성의 장치를 제공하고, 상처 부위에 또는 상처 봉합 장치 위에 용이하게 도포된다. 본 발명은 또한 그러한 조성물에 사용하기 위한 신규한 백금 촉매에 관한 것이다. 촉매는 피부와 같은 국소 표면 상에서의 신속한 경화를 제공하고 약 2 내지 5분 만에 이러한 표면에 결합한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

A61L 15/58 (2013.01)
A61L 15/60 (2013.01)
A61L 26/0004 (2013.01)
A61L 26/0019 (2013.01)
A61L 26/0066 (2013.01)
B01J 31/126 (2013.01)
B01J 31/127 (2013.01)
B01J 31/1608 (2013.01)
B01J 31/2291 (2013.01)

명세서

청구범위

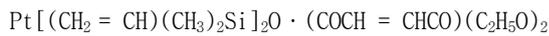
청구항 1

반응성 작용기를 갖는 가교결합성 실리콘 중합체;

실리카-함유 조성물;

실리콘 가교결합제;

하기 화학식:



을 갖는 백금 테트라메틸다이비닐 다이실록산 다이에틸 말레에이트 착물을 포함하는 촉매 및

항미생물제

를 포함하는, 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 가교결합성 실리콘 중합체는 비닐 말단화된(terminated) 폴리다이알킬실록산, 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산, 비닐 말단화된 폴리다이페닐실란-다이메틸실록산 공중합체, 비닐 말단화된 폴리페닐메틸실록산, 비닐 말단화된 폴리플루오로프로필메틸-다이메틸실록산 공중합체, 비닐 말단화된 폴리다이에틸실록산 및 SiH 말단화된 폴리다이메틸다이실록산으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 가교결합성 실리콘 중합체는 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산을 포함하는, 조성물.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 실리카-함유 조성물은 트라이메틸 실릴 표면 처리된 실리카 충전제를 포함하는, 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 실리카-함유 조성물은 HCR(고 주도 고무(high consistent rubber)) 베이스 및 LSR(액체 실리콘 고무(liquid silicone rubber)) 베이스를 포함하는 구매가능한 반응성 실리카-함유 실리콘 베이스로부터 선택되는, 조성물.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 실리카-함유 조성물은 액체 실리콘 고무 베이스인, 조성물.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 실리콘 가교결합제는 폴리메틸하이드로실록산, 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산, 폴리메틸하이드로실록산, 폴리메틸하이드로실록산-코-옥틸메틸실록산 및 폴리메틸하이드로실록산-코-메틸페닐실록산으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 조성물.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 실리콘 가교결합제는 폴리메틸하이드로실록산, 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산 및 이들의 조합을 포함하는, 조성물.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 조성물은, 상기 조성물의 중량을 기준으로, 약 0 중량% 내지 약 30 중량%의 유기 용매를

추가로 포함하는, 조성물.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 조성물은, 총 고형물을 기준으로, 약 1 중량% 내지 약 15 중량%의 상기 실리콘 가교결합제를 포함하고, 코팅 조성물은, 상기 코팅 조성물의 중량을 기준으로, 약 0 중량% 내지 약 30 중량%의 유기 용매를 추가로 포함하는, 조성물.

청구항 11

제1항에 있어서, 코팅 조성물은, 총 고형물을 기준으로, 약 0.003 중량% 내지 약 0.06 중량%의 백금 촉매를 포함하고, 상기 코팅 조성물은, 상기 코팅 조성물의 중량을 기준으로, 약 0 중량% 내지 약 30 중량%의 유기 용매를 추가로 포함하는, 조성물.

청구항 12

제1항에 있어서, 코팅 조성물은 펜탄, 헥산, 헵탄, 저분자량 올레핀들의 혼합물 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는 용매를 추가로 포함하는, 조성물.

청구항 13

제1항에 있어서, 상기 향미생물제는 트라이클로산, 클로르헥시딘, 폴리헥사메틸렌 바이구아나이드(PHMB), 옥테닌딘, 원소 은 및 은 염으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 조성물.

청구항 14

제13항에 있어서, 상기 향미생물제는 트라이클로산인, 조성물.

청구항 15

제14항에 있어서, 상기 트라이클로산은 상기 조성물의 약 0.05 중량% 내지 약 2.0 중량%를 구성하는, 조성물.

청구항 16

제15항에 있어서, 상기 트라이클로산은 상기 조성물의 약 0.1 중량% 내지 약 1.5 중량%를 구성하는, 조성물.

청구항 17

제16항에 있어서, 상기 트라이클로산은 상기 조성물의 약 0.2 중량% 내지 약 1.0 중량%를 구성하는, 조성물.

청구항 18

제1항에 있어서, 상기 조성물은 약 19℃의 온도에서 경화가능한, 코팅 조성물.

청구항 19

제18항에 있어서, 상기 조성물은 약 28℃의 온도에서 약 2 내지 5분 만에 경화가능한, 코팅 조성물.

청구항 20

- a) 상처 봉합 장치 및
- b) 제1항의 조성물을 포함하는, 키트.

청구항 21

제20항에 있어서, 상기 상처 봉합 장치는 상처 봉합 스트립인, 키트.

청구항 22

제21항에 있어서, 상기 상처 봉합 스트립은 메시(mesh), 중합체성 필름, (개방 셀형 폼(open celled foam)을 포함하는) 플라스틱 폼, 직조 천, 편직 천, 부직 천 및 이들의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 키트.

청구항 23

제22항에 있어서, 상기 상처 봉합 스트립은 메시인, 키트.

청구항 24

제23항에 있어서, 상기 상처 봉합 장치는 폴리에스테르, 나일론, 아크릴, 레이온, 폴리우레탄, 폴리우레탄 폼, 폴리스티렌, 폴리에스테르, 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET), 폴리아미드, 폴리락트산, 폴리글리콜산, 폴리카프로락톤 및 이들의 혼합물; 면, 실크 및 리넨; 및 OH 표면-처리된 PTFE, OH 표면-처리된 폴리프로필렌 및 OH 표면-처리된 폴리에틸렌을 포함하지만 이로 한정되지 않는, OH 작용기가 표면에 부여된 표면-처리된 재료로 이루어진 군으로부터 선택되는 재료를 포함하는, 키트.

청구항 25

제24항에 있어서, 상기 향미생물제는 트라이클로산인, 키트.

청구항 26

반응성 작용기를 갖는 가교결합성 실리콘 중합체;

실리카-함유 조성물;

실리콘 가교결합제;

하기 화학식:



을 갖는 백금 테트라메틸다이비닐 다이실록산 다이에틸 말레에이트 착물을 포함하는 촉매 및

상처 삼출물 또는 상처 수분 흡수제 및/또는 지시약

을 포함하는, 조성물.

청구항 27

제26항에 있어서, 상기 흡수제 및/또는 지시약은 실리카인, 조성물.

청구항 28

제26항에 있어서, 상기 흡수제 및/또는 지시약은 초흡수제(superabsorbent)인, 조성물.

청구항 29

제26항에 있어서, 상기 흡수제 및/또는 지시약은 무수 무기 염인, 조성물.

청구항 30

a) 상처 봉합 장치 및

b) 제26항의 조성물을 포함하는, 키트.

청구항 31

제30항에 있어서, 상기 상처 봉합 장치는 상처 봉합 스트립인, 키트.

청구항 32

제31항에 있어서, 상기 상처 삼출물 또는 상처 수분 흡수제 및/또는 지시약은 상기 상처 봉합 스트립 상에 도포되거나 코팅되는, 키트.

발명의 설명

기술분야

[0001] 관련 출원 상호 참조

[0002] 본 출원은, 모두 2020년 5월 28일자로 출원된 미국 정규 출원 제16/885,413호(대리인 문서 번호: ETH6068USNP1), 제16/885,426호(대리인 문서 번호: ETH6069USNP1), 제16/885,361호(대리인 문서 번호: ETH6070USNP1), 제16/885,375호(대리인 문서 번호: ETH6085USNP1) 및 _____ (대리인 문서 번호: ETH6070USCIP1, 본 출원과 동시에 출원됨) 및 동일한 출원인의 모든 해외 특허 출원과 관련되며, 이들의 내용은 모든 목적을 위해 본 명세서에 전체적으로 참고로 포함된다.

[0003] 기술분야

[0004] 본 발명이 속하는 기술 분야는 실리콘계 상처 봉합 조성물 및 장치와, 실리콘계 국소 피부 접착제(TSA) 및 시스템이다.

배경기술

[0005] 특히 무릎, 손목, 팔꿈치 등과 같은 움직이는 신체 관절의 피부 봉합을 위한, 탄성중합체성 국소 피부 접착제에 대한 필요성이 존재한다.

[0006] TSA의 탄성 버전이 특히 정형외과 수술에서 필요하다. 관절의 저돌적인 움직임은 접착제와 피부 사이의 계면에서 봉합의 품질을 손상시킬 수 있다. 수술 후 감염의 가능성을 줄이기 위해 수밀 봉합이 또한 제품에 바람직하다. 실리콘 유형의 접착제는 이의 탄성 및 밀봉 특성으로 인해 이러한 2가지 주요 고객 요구 사항 모두에 대한 하나의 해결책이다.

[0007] 실리콘은 그의 불활성에 대해 공지되어 있으며 일반적으로 OTC 흉터 감소 제품으로서 사용된다. 피부 반응 감소 및 미용술(cosmesis)의 개선은 실리콘계 TSA에 의해 제공되는 추가의 이점이다.

[0008] 따라서, 특히 무릎, 손목, 팔꿈치 등과 같은 움직이는 신체 부분 및 관절의 봉합을 위한, 탄성중합체성 국소 피부 접착제에 대한 필요성이 존재한다.

[0009] 미생물 오염 및 상처 감염의 가능성이 있기 때문에, 또한 임의의 신규한 TSA의 일부로서 항미생물제를 제공할 필요가 있다.

[0010] 또한, 상처의 치유 과정 동안 상처로부터의 액체 분비물을 흡수할 필요가 있다. 전형적인 TSA는 상처를 밀봉하며, 상처 분비물 또는 삼출물이 빠져나가기 어렵다. 특히 삼출물 분비물에 대해 상처의 상태를 감지할 필요가 또한 있다. 감염 방지 치료, 드레싱 교체 등을 포함하는 상처 관리에 대한 잠재적인 문제를 해결하기 위해 상처 상태의 표시가 중요하다.

발명의 내용

[0011] 따라서, 신규한 촉매 조성물, 실리콘계 경화성 접착제 조성물, 및 상처 봉합 시스템이 개시되며, 이는 항미생물제 및/또는 지시약, 예컨대 상처 삼출물 분비물 또는 상처 수분을 감지하기 위한 것을 추가로 함유한다.

[0012] 상기 조성물은 비닐 말단화된(terminated) 폴리다이메틸실록산, 및 폴리다이메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산 가교결합체, 결합체로서의 표면 처리된 실리카 입자, 및 신규한 비-통상적인 백금 촉매와, 선택적으로 핵산 또는 이의 시판 유도체와 같은 지방족 유기 용매와 같은 일반적인 저비점 유기 용매의 혼합물, 및 SiH 말단화된 폴리다이메틸 실록산 사슬 연장제를 포함하며 항미생물제를 추가로 포함한다. 제안된 실리콘 접착제는 체온에서 피부 상에서 3분 미만에 건조될 수 있다. 제안된 실리콘 접착제와 피부 사이의 피부 유지력은 전형적인 시아노아크릴레이트계 TSA 제품과 비슷하거나 더 우수하다. 전통적인 시아노아크릴레이트계 TSA 제품과 달리, 본 발명의 실리콘계 TSA는 전통적인 상처 봉합 장치와 조합될 때 그의 원래 길이의 160%로 신장되고 그의 원래의 신장되지 않은 치수로 완전히 회복될 수 있다. 항미생물제인 트라이클로산으로 처리될 때, 이하에서 입증되는 바와 같이, 전통적인 상처 봉합 장치는 그의 원래 길이의 145%로 신장되고 그의 원래의 신장되지 않은 치수로 완전히 회복되었다.

[0013] 결합 형성은 실리카 입자의 표면 상의 실라놀 작용기와 피부 상의 OH 작용기 사이의 축합 반응에 의해 가능하게 된다. 실라놀 축합은 주위 온도에서 느려지는 경향이 있고, 신규한 비-통상적인 촉매는 이러한 반응이 짧은 기간에서 발생할 수 있게 한다. 백금계 신규 촉매는 비닐 실릴화 반응을 또한 활성화시켜, 비닐 말단화된 실리콘

중합체가 축합 반응과 동시에 가교결합되게 한다.

- [0014] 일 실시 형태에서, 본 발명은
- [0015] 반응성 작용기를 갖는 가교결합성 실리콘 중합체;
- [0016] 실리카-함유 조성물;
- [0017] 실리콘 가교결합제;
- [0018] 하기 화학식:
- [0019] $Pt[(CH_2 = CH)(CH_3)_2Si]_2O \cdot (COCH = CHCO)(C_2H_5O)_2$
- [0020] 을 갖는 백금 테트라메틸다이비닐 다이실록산 다이에틸 말레레이트 착물을 포함하는 촉매; 및
- [0021] 향미생물제를 포함하는 조성물에 관한 것이다.
- [0022] 전술한 실시 형태에서, 실리카-함유 조성물이 별도의 성분으로서 첨가될 수 있지만, 더욱 바람직하게는 이는 가교결합성 실리콘 중합체에 함유된다. 코팅 조성물은 또한 백금 촉매를 함유할 수 있다.
- [0023] 본 발명의 다른 태양은 표면을 갖는 향미생물 의료 장치이며, 이 표면의 적어도 일부는 전술한 신규한 실리콘 코팅 조성물로 코팅된다.
- [0024] 본 발명의 또 다른 태양은 가교결합성 실리콘 코팅과 함께 사용하기 위한 신규한 백금 촉매이다. 촉매는 하기 화학식을 갖는 백금 착물을 포함한다:
- [0025] $Pt[(CH_2 = CH)(CH_3)_2Si]_2O \cdot (COCH = CHCO)(C_2H_5O)_2$.
- [0026] 본 발명의 추가 태양은 상처를 봉합하기 위한 시스템 또는 키트로서의 상처 봉합 장치와 조합된 국소 피부 접촉제로서의 본 발명의 조성물의 용도이며, 이 조성물은 향미생물제 및/또는 지시약, 예컨대 상처 삼출 분비물 또는 그에 포함된 상처 수분을 감지하기 위한 것을 추가로 갖는다.
- [0027] 본 발명의 이들 및 다른 태양과 이점이 하기의 설명으로부터 보다 명백해질 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0028] 도 1은 본 발명의 신규 촉매의 NMR 피크와 비교한 카르스테트 촉매의 NMR 피크 비이다.
- 도 2a, 도 2b 및 도 2c는 향미생물제를 사용하지 않은 본 발명의 탄성을 입증하기 위해 사용되는 신장 시험의 단계를 나타낸다.
- 도 3a, 도 3b 및 도 3c는 향미생물제를 사용한 본 발명의 탄성을 입증하기 위해 사용되는 신장 시험의 단계를 나타낸다.
- 도 4a 및 4b는 황색포도상구균(S. aureus)에서 향미생물제- 및 비-향미생물제-함유 조성물에 대한 억제 구역 (Zone of Inhibition) 비교를 나타낸다.
- 도 5a 및 5b는 대장균(E. Coli)에서 향미생물제- 및 비-향미생물제-함유 조성물에 대한 억제 구역 비교를 나타낸다.
- 도 6a, 도 6b 및 도 6c는 흡수제 및/또는 지시약이 하부의 상처 봉합 장치의 표면 내의 또는 상의 본 발명의 조성물 내에 혼입될 수 있음을 나타낸다.
- 도 7은 본 발명의 필름의 하부 표면 내로의 물 침입; 필름 내로의 물 또는 수분의 흡수 시 매립된 흡수제/지시약 입자의 색의 변화; 및 필름의 상부 표면 상의 수분 반발성을 나타내는 개략도이다.
- 도 7a 및 도 7b는 흡수제 및/또는 지시약이 조성물에 포함될 때 수분에 노출되기 전 및 노출된 후의 본 발명의 조성물에 대한 색 변화를 나타낸다.
- 도 7c는 본 발명의 조성물의 표면의 소수성을 나타낸다.
- 도 7d, 도 7e 및 도 7f는 흡수제 및/또는 지시약이 조성물에 포함되는 경우의 실시 형태에 대한 본 발명의 조성물의 가요성 및 신장 능력을 나타낸다.

도 7g 및 도 7h는 흡수제 및/또는 지시약이 조성물에 포함되는 경우의 본 발명의 조성물의 수분 흡수 및 지시약 능력을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0029] 용어 실리콘 및 실록산은 당업계에서 통상적으로 상호 교환 가능하게 사용되며, 그러한 사용법이 본 명세서에서 채택되었다.

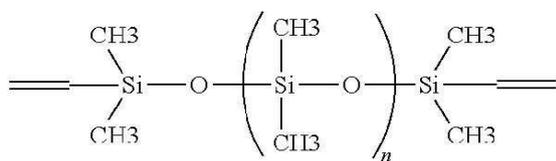
[0030] 국소 피부 접착제 조성물 및 상처 봉합 시스템

[0031] 본 발명의 일 태양은 열상 및 수술 절개부를 봉합하는 데 특히 유용한 신규한 상처 봉합 조성물에 관한 것이다. 이러한 조성물은 국소 피부 접착제로서 사용하기에 그리고 상처 봉합 장치와 함께 접착제로서 사용하기에 적합하다.

[0032] 일 실시 형태에서, 본 조성물은 가교결합성 실록산 중합체와 별도의 성분으로서 첨가될 수 있지만 더욱 바람직하게는 가교결합성 실리콘 중합체에 함유될 수 있는 실리카-함유 조성물의 혼합물, 통상적인 실리콘 가교결합제, 및 백금 촉매를 포함한다. 실리콘 중합체 성분들은, 예를 들어, (예를 들어, 헥산, 헵탄 또는 그의 시판 유도체와 같은) 지방족 유기 용매를 비롯한 통상적인 방향족 유기 용매와 블렌딩되어 코팅 용액 또는 조성물을 형성한다. 코팅 용액에 적합한 다른 용매에는 저분자량 실록산, 예를 들어 헥사메틸다이실록산이 포함되며 이로 한정되지 않는다.

[0033] 본 발명의 조성물에 유용한 가교결합성 실록산 중합체는, 비닐 말단화된 하이드록실 및 아크릴레이트 작용기를 포함하지만 이로 한정되지 않는, 반응성 작용기 또는 말단 작용기를 가질 것이다. 본 발명의 조성물에 사용될 수 있는 가교결합성 실록산 중합체는 바람직하게는 비닐 말단화된 폴리다이알킬실록산 또는 비닐 말단화된 폴리알키아릴실록산을 포함한다. 예에는 하기의 것이 포함되지만 이로 한정되지 않는다: 비닐-말단화된 실록산 중합체: 폴리다이메틸실록산, 폴리다이페닐실란-다이메틸실록산 공중합체, 폴리페닐메틸실록산, 폴리플루오로프로필메틸-다이메틸실록산 공중합체 및 폴리다이에틸실록산. 비닐 말단화된 가교결합성 폴리메틸 실록산을 사용하는 것이 특히 바람직하다.

[0034] 본 발명의 조성물에 사용될 수 있는 가교결합제에는, 예를 들어 폴리메틸하이드로실록산, 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산, 폴리에틸하이드로실록산, 폴리메틸하이드로실록산-코-옥틸메틸실록산, 폴리메틸하이드로실록산-코-메틸페닐실록산과 같은 통상적인 실리콘 가교결합제가 포함된다. 본 발명의 조성물에 사용하기에 바람직한 통상적인 가교결합제는 폴리메틸하이드로 실록산 및 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산이다. 본 발명의 코팅에서의 가교결합 밀도의 정밀한 제어는 비-가교결합성 실리콘 중합체(예를 들어, 폴리다이메틸실록산)에 완전히 가교결합된 중합체의 비의 정밀한 제어에 의해 달성된다. 완전히 가교결합된 중합체는 작용화된 가교결합성 중합체와 가교결합제 사이의 반응, 예를 들어, 선택적으로 백금 촉매 촉매의 존재 하에서의 비닐-말단화된 폴리다이메틸실록산과 폴리메틸하이드로실록산 사이의 비닐실릴화 반응에 의해 형성된다. 이러한 중합체의 예에는 미국 19067 펜실베이니아주 모리스빌 소재의 젤레스트, 인크.(Gelest, Inc.)로부터 입수가능한 젤레스트 제품 코드 번호 DMS-V31, DMS-V33, DMS V-35, DMS V42, DMS-V46, DMS-V52 등이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 비닐 말단화된 폴리다이메틸다이실록산의 전형적인 분자 구조는 하기와 같다:



[0035]

[0036] 상기 식에서, n은 분자량에 의해 정의된다.

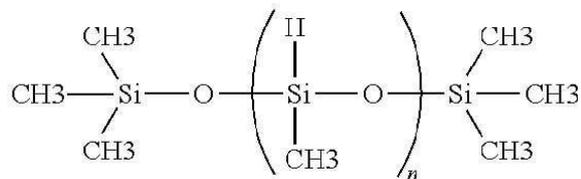
[0037] 사용되는 실리콘 중합체의 분자량은 점도와 분자량 사이의 관계에 기초하여 추정될 수 있다(미국 19067 펜실베이니아주 모리스빌 이스트 스틸 로드 11 소재의 젤레스트, 인크.에 의해 발행된 카탈로그 제11면, 실리콘 유체: 안정한, 불활성 매질 엔지니어링 및 설계 특성(SILICONE FLUIDS: STABLE, INERT MEDIA ENGINEERING AND DESIGN PROPERTIES)). 25°C에서의 센티스토크(cSt)로 표시되는 동점도 μ 와 상관관계가 있는 2,500 초과 분자량(M)에 대한 에이.제이. 배리(A.J. Barry)의 관계를 사용하여, 실리콘의 분자량 M을 다음과 같이 추정할 수 있다:

[0038] $\log \mu_{cSt} = 1.00 + 0.0123M^{0.5}$

[0039] (문헌[A.J. Barry in the *Journal of Applied Physics* 17, 1020 (1946)]에 공개된 바와 같음).

[0040] 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산은 적절한 조건 하에서 백금 촉매의 존재 하에 폴리메틸하이드로실록산 가교결합체와 반응하며; 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산 선형 중합체는 이러한 반응의 결과로서 서로 완전히 가교결합된다. 폴리메틸하이드로실록산 가교결합체의 양은 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산 베이스 중합체와 비교하여 큰 화학량론적 과량으로 존재한다. 가교결합체 내의 여분의 SiH 작용기가 인간 피부, 예를 들어 중합체 봉합사와 같은 표면 상의 OH 작용기와 반응하여 승온에서 Si-O-C 결합을 형성하거나, 강 바늘의 경우에 Si-O-Fe 결합을 형성하는 것으로 여겨진다. 따라서, 이러한 반응의 결과로서, 실리콘 코팅과 장치 사이에 생성된 공유 결합은 주어진 표면에 대한 코팅의 접착성 부착을 초래한다.

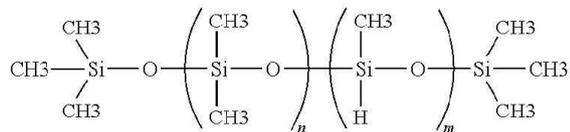
[0041] 본 발명의 실시예에 사용되는 폴리메틸하이드로실록산 가교결합체, 또는 가교결합 제제는 분자량이 약 1000 내지 약 3000, 바람직하게는 약 1400 내지 약 2100일 것이다. 이러한 중합체 가교결합체의 예에는 미국 1967 펜실베이니아주 모리스빌 소재의 젤레스트, 인크.로부터 입수가능한 젤레스트 제품 코드 번호 HMS-991, HMS-992 등이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 폴리메틸하이드로실록산 가교결합체의 전형적인 분자 구조는 하기와 같다:



[0042]

[0043] 상기 식에서, n은 분자량에 의해 정의된다.

[0044] 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산이 또한 본 발명의 신규한 코팅에서 가교결합체 또는 가교결합 제제로서 사용될 수 있다. 이러한 중합체의 예에는 젤레스트 제품 코드 번호 HMS-301, HMS-501이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 이러한 실록산 중합체 가교결합체의 분자량은 전형적으로 약 900 내지 약 5,000, 그리고 바람직하게는 약 1,200 내지 약 3,000일 것이다. 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산 가교결합체의 전형적인 분자 구조는 하기와 같다:



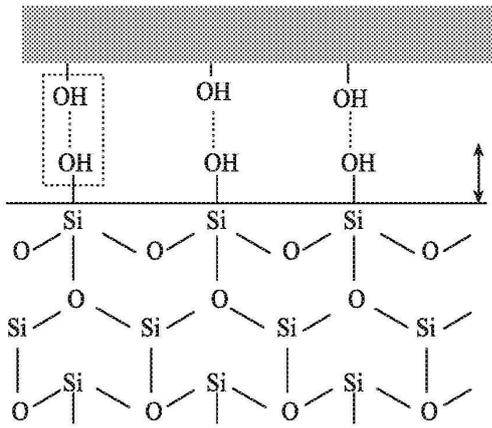
[0045]

[0046] 상기 식에서, n 및 m은 분자량에 의해 정의된다.

[0047] 실리카-함유 조성물

[0048] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 본 발명과 함께 사용하기 위한 기재된 실리카-함유 조성물은 별도의 성분으로서의 또는 가교결합성 실리콘 중합체 혼합물 중에 실리카를 함유하는 구매가능한 조성물로부터의 실리카 재료 (예를 들어, 표면-처리된 실리카)를 포함한다.

[0049] 별도의 성분으로서, 실리카가 본 발명의 조성물에 혼입되어 피부 및 다른 기재 재료에 대한 결합체의 역할을 한다. 실리카 입자의 표면 상의 OH 기는 하기에 예시된 바와 같이 특정 조건 하에 인간 피부를 포함하는 기재 재료의 표면 상의 OH 작용기와 반응하는 것으로 여겨진다.



[0050]

[0051]

실리카 입자는 가교결합성 실리콘 중합체 내에 혼입되었다. 상 분리를 방지하는, 실리카 입자와 폴리실록산 중합체 매트릭스의 상용성을 가능하게 하기 위해 실리카 입자에 대해 헥사메틸 실릴 표면 처리가 필요하다. 처리된 실리카의 예에는 헥사메틸다이실라잔 처리된 실리카, 즉 트라이메틸 실릴 표면 처리된 실리카 충전제(펠레스트 SIS6962.0)가 포함된다.

[0052]

이미 실리카를 함유하는 실리콘 중합체의 경우에, 이는 HCR(고 주도 고무(high consistent rubber)) 베이스 및 LSR(액체 실리콘 고무(liquid silicone rubber)) 베이스를 포함하는 반응성 실리카-함유 실리콘 베이스로부터 선택되는 실리카-함유 조성물과 같은 구매가능한 공급원으로부터 얻어질 수 있으며, LSR 베이스가 바람직하다. 이러한 재료의 다른 상업적 예에는 와커(Wacker) 401-10, 401-20, 401-40 베이스; 및 액체 실리콘 고무 베이스가 포함되지만 이로 한정되지 않으며, 이러한 재료의 상업적 예에는 블루스타 실비온(Bluestar Silbione) LSR 4370 베이스가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 이러한 유형의 시판 실리콘 고무 베이스는 표면-처리된 실리카 충전제를 다양한 분자량의 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산 중합체와 혼합함으로써 제조된다. 충전제와 폴리실록산 중합체 사이의 상용성을 개선하기 위해, 혼합 공정 동안 원위치(in-situ) 표면 처리가 수행될 수 있다.

[0053]

촉매

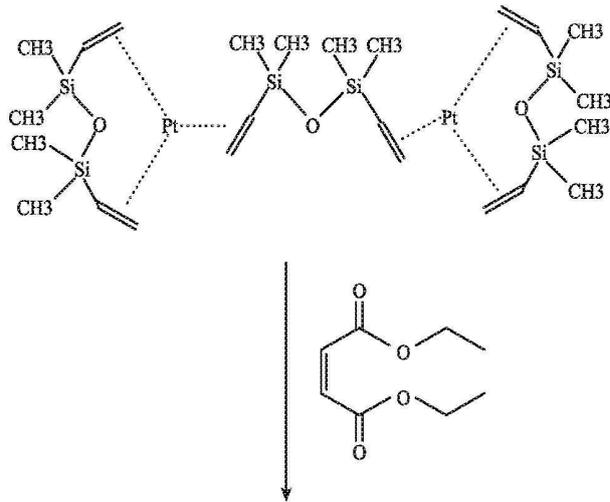
[0054]

지이 실리콘(GE Silicone)의 카르스테트(Karstedt)는 1970년대 초에 고도로 활성인 백금 촉매를 발명하였다(미국 특허 제3775452호). 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산은 10 ppm만큼 적은 카르스테트 촉매를 이용하여 주위 온도에서 1분 미만에 폴리메틸하이드로실록산 함유 가교결합체와 반응할 수 있다. 전통적인 백금 촉매는 실리카 입자의 표면 상의 OH 기와 기재의 표면 상의 OH 작용기 사이의 반응을 가능하게 하지 않는다. 이러한 유형의 촉합 반응은 주위 조건에서 느린 경향이 있고, 이러한 반응을 위한 전형적인 촉매는 유기 아민 및 촉매, 예컨대 주석 디라우레이트를 포함한다. 미량의 촉합 촉매는 백금 촉매의 촉매 능력을 중요시킬 것이며, 이는 실리콘 산업에서 백금 중독으로 지칭된다. 실리콘과 주어진 기재 재료 사이의 신속한 접착 형성을 가능하게 하기 위해 실리카 입자와 기재 재료 사이의 OH 촉합을 활성화하도록 백금에 필적하는 새로운 촉매가 필요하다. 본 발명의 백금계 신규 촉매는 비닐 실릴화 및 OH 촉합 둘 모두를 동시에 활성화할 수 있다.

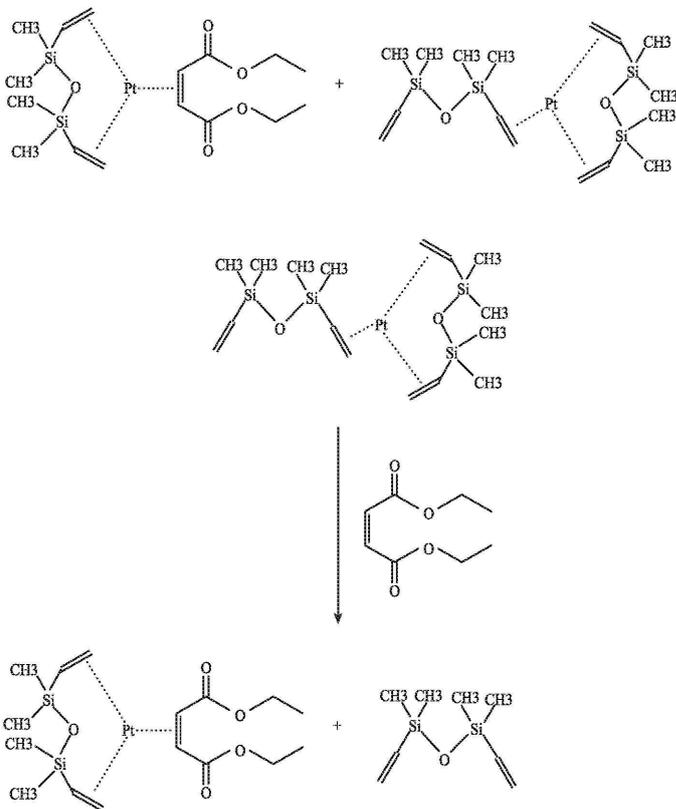
[0055]

신규 촉매는 도식 1에 따라 카르스테트 촉매를 다이에틸 말레에이트와 반응시킴으로써 제조된다. 신규한 백금 테트라메틸다이비닐 다이실록산 다이에틸 말레에이트 촉매는 비닐 실릴화 및 촉합 반응 둘 모두를 가능하게 한다. 이는 "이중 작용성 실리콘 촉매"로 지칭된다.

[0056] 반응 도식 1



[0057]



[0058]

[0059] 본 발명의 신규한 촉매는 하기의 방식으로 제조될 수 있다. 자일렌 용액 중의 카르스테트 촉매를 주위 온도에서 자일렌 용액 중의 낮은 농도의 비닐사이클로hex산과 충분히 효과적인 시간, 예를 들어 30분 동안 혼합하여 반응을 완료시키며, 반응의 완결은 투명에서 연갈색으로의 반응 혼합물의 색 변화에 의해 표시된다.

[0060] 본 발명의 신규한 촉매를 함유하는 생성된 촉매 용액은 국소 피부 접착제로서 유용한 조성물에 사용될 준비가 되어 있다. 생성된 백금 착물 촉매(백금 테트라메틸다이비닐 다이실록산 다이에틸 말레이트 착물)의 화학식은 하기와 같다:

[0061] $Pt[(CH_2 = CH)(CH_3)_2Si]_2O \cdot (COCH = CHCO)(C_2H_5O)_2$.

[0062] 생성된 촉매 반응 혼합물은 소량의 반응 생성물 다이비닐테트라메틸다이실록산을 함유할 것임에 유의하여야 한

다. 이 성분은 촉매에 영향을 주지 않으며, 신속하게 증발되는 저비점 성분이다. 따라서, 다이비닐테트라메틸다이실록산을 제거하기 위한 촉매 혼합물의 정제는 선택적이며, 초저농도의 그의 존재는 가교결합성 실리콘 중합체의 가교결합 반응에 영향을 주지 않을 것으로 여겨진다. 본 발명의 신규한 촉매는 또한 실리카 충전제의 표면 상의 실라놀 기와 주어진 표면 상의 OH 작용기 사이의 결합 형성을 활성화하며, 즉 촉매는 두 반응을 활성화할 수 있다. 이를 통해 원하는 경화 온도에서 코팅 필름을 신속하게 형성하도록 실리콘 코팅의 가교결합성 성분을 경화할 수 있으며 인간 피부와 같은 주어진 기재에 대한 결합을 제공한다.

[0063] 점도 감소를 위한 용매

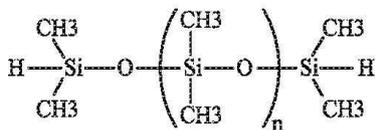
[0064] 일부 상업적으로 생성된 충전제 강화 가교결합성 실리콘 중합체(실리콘 베이스 고무)는 전형적으로 500,000 cP 초과 및 수백만 cP 이하의 높은 점도를 갖는다. 이러한 고점도 재료를 혼합하고 피부 상에 펴 바르는 것은 불가능하며, 그의 점도를 감소시키기 위해 저위험 유기 용매가 필요하다.

[0065] 저온 지방족 용매가 이러한 목적을 위해 사용된다. 전형적인 예에는 펜탄, 헥탄, 헥산 및 이들의 혼합물이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 유기 용매는 균질한 용액으로의 실리콘 중합체 성분들의 효과적인 블렌딩을 가능하게 하기에 충분한 농도로 첨가된다. 총 용매 농도는 베이스 고무의 원래 점도에 따라 10% 내지 30%이다. n-부탄 및 아이소헥탄과 같은 초저비점 용매를 또한 사용하여 실리콘 접착제의 분무 가능한 제형을 제공할 수 있다.

[0066] 저점도 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산 베이스 중합체를 위한 사슬 연장제

[0067] 100,000 센티푸아즈(cP) 내지 수 백만 cP(예를 들어, 1백만 내지 2천만 cP) 점도 범위의 높은 점도를 갖는, 상업적으로 생성된 충전제 강화 가교결합성 실리콘 중합체(실리콘 베이스 고무)의 경우, 그의 혼합성 및 발림성(spreadability)을 개선하기 위해 (저분자량) 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산(<300 cP)이 또한 저온 지방족 용매와 함께 첨가될 수 있다. SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산을 사슬 연장제로서 첨가하여 저분자량 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산을 중합한다. SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 베이스 중합체는 1000 내지 100,000, 바람직하게는 3,000 내지 10,000의 분자량을 갖는다.

[0068] 이러한 유형의 중합체의 예는 젤레스트 제품 코드 번호 DMS-H21, DMS-H31 등을 포함하지만 이로 한정되지 않는다. SiH 말단화된 폴리다이메틸다이실록산의 전형적인 분자 구조는 하기에 예시되어 있다



[0069] 상기 실리콘 중합체 및 신규한 백금 촉매는 저비점 유기 용매 중에 분산되어 코팅 용액을 형성한다. 저온 지방족 용매가 실리콘 분산물에 사용된다. 방향족 용매 및 헥사메틸다이실록산이 실리콘 분산물에 일반적으로 사용된다. 전형적인 예에는 펜탄, 헥탄, 헥산 및 이들의 혼합물이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 유기 용매는 균질한 코팅 용액으로의 실리콘 중합체 성분들의 효과적인 블렌딩을 가능하게 하기에 충분한 농도로 첨가된다. 총 용매 농도는 코팅 두께 요건에 따라 약 80 중량% 내지 약 99 중량%이며, 더욱 전형적으로는 약 85 중량% 내지 약 93 중량%이다. 당업자는 코팅 용액의 고형물 함량을 변화시킴으로써 코팅 두께를 조작할 수 있음을 이해할 것이다.

[0071] 향미생물제

[0072] 전술한 바와 같은 조성물은 적어도 하나의 향미생물제를 추가로 포함한다. 향미생물제는 예를 들어 트라이클로산, 클로르헥시딘, 폴리헥사메틸렌 바이구아나이드(PHMB), 옥테니딘, 원소 은, 및 은 염을 포함하는 항생 또는 향미생물 또는 항병원체 기능을 갖는 임의의 의약일 수 있다. 바람직한 실시 형태에서, 본 발명의 조성물은 트라이클로산을 포함한다.

[0073] 상처 삼출물/수분 흡수제 입자 및 지시약(들)

[0074] 전술한 조성물은 적어도 하나의 상처 삼출물 또는 상처 수분 흡수제 및/또는 지시약을 추가로 포함할 수 있다.

[0075] 적합한 흡수제는 입자의 중량의 10% 이상, 더 바람직하게는 입자의 중량에 대해 30% 이상의 흡수된 물의 양으로 물을 흡수할 수 있는 물 또는 수분 또는 삼출물 흡수제 입자를 갖는 것들이다. 본 발명의 조성물에 존재하는

경우 흡수제 입자는 후술되는 바와 같이 색을 변화시켜 상처 삼출물 또는 수분의 존재를 나타내는 특성을 가질 수 있다.

- [0076] 유리하게는, 지시약을 갖는 실리카계 건조제 입자는 경화 전에 전술한 실리콘 매트릭스 내에 혼입되어 있다. 경화 후, 조성물은 양호한 접착력, 흡수성 및 지시약 특성을 갖는 TSA/드레싱으로서 적합한 얇은 층을 형성한다.
- [0077] 흡수제 재료의 예는 실리카 및 무수 무기 염을 포함하며, 무수 무기 염의 예는 황산구리(II) 및 염화코발트(II)를 포함한다. 이러한 유형의 흡수제 재료는 물과 접촉 시에 색이 변하며 전형적으로 실리카와 무기 염 지시약, 예컨대, 염화코발트(II)의 혼합물인, 지시 특성을 갖는 시판 건조제를 위한 지시약으로서 사용된다.
- [0078] 시판 건조제의 예는 이엠디 밀리포어 코퍼레이션(EMD Millipore Corporation)에 의해 생산되는 t.h.e.(등록상표) 건조제, 더블유.에이. 해먼드(W.A. Hammond)에 의해 생산되는 드라이어라이트(Drierite)TM 지시 흡수제를 포함한다.
- [0079] 유리하게는, 초흡수제(superabsorbent) 재료가 염계 건조제 및 흡수제 재료 대신에 또는 그와 조합하여 사용될 수 있다. 색 변화는 염 수화로 인한 것이지만, 대부분의 물 흡수는 초흡수제 입자에 의한 것이다. 일부 실시 형태에서, 초흡수제 재료는 (a) 가교결합된 폴리아크릴레이트 및 폴리아크릴아미드; (b) 가수분해된 셀룰로오스-폴리아크릴로니트릴, c) 말레산 무수물의 가교된 공중합체를 포함하는, 본 발명의 흡수제 입자 또는 건조제 입자로서 사용될 수 있다. 이러한 응용에 유용한 재료는 가교결합된 소듐 폴리아크릴레이트, 다양한 아크릴로니트릴 및 아크릴아미드계 중합체, 예를 들어, 전분-g-폴리아크릴로니트릴에 의해 예시된다. 유용할 수 있는 다른 초흡수제 재료는 다양한 다당류, 예컨대 전분, 키토산 및 구아 검에 기초한다. 또한, 카올린, 아타풀자이트, 휴메이트(humate), 운모, 벤토나이트, 몬트모릴로나이트 및 소듐 실리케이트를 혼입함으로써 제조된 복합 초흡수제가 사용될 수 있다.
- [0080] 전형적으로, 흡수제/지시약의 양은 총 제형의 5 내지 25 중량%의 범위일 것이다.
- [0081] 본 발명자들은 후술되는 바와 같이 본 발명의 경화된 실리콘 매트릭스 조성물로부터 형성된 필름에 실리카계 건조제 입자(지시약을 갖거나 갖지 않음)를 혼입하는 것이 필름의 소수성 상부 표면 및 투수성 하부 표면(기재 대향) 측을 갖는 필름을 생성함을 발견하였다. 도 7은 필름의 하부 표면(예를 들어, 수분-함유 또는 삼출물-생성 상처 또는 조직 표면과 같은 기재와 일관되게 밀접하게 접촉할 표면) 내로의 물 침입; 상처 삼출물로부터의 것과 같은 물 또는 수분의 필름 내로의 흡수 시 매립된 흡수제/지시약 입자의 색의 변화; 및 필름의 상부 표면 상의 수분 반발성을 나타내는 개략도이다. 상처 분비물/수분과 하부 표면의 밀접하고 장기적인 접촉은 시간 경과에 따라 실리콘 필름 내로의 흡수를 허용할 반면, 소수성 상부 표면은 필름이 장기간 동안 물에 침지되지 않는다면 수분을 밀어낼 것이다. 필름의 상부 표면의 내습성 특성은 필름이 경화된 후에 샤워를 원하는 환자에게 이상적으로 적합하다.
- [0082] 도 7a, 도 7b 및 도 7c를 참조하면, 본 발명의 조성물을 사용하여 상기 원리가 관찰될 수 있다. 일 예에서, 본 발명의 실리카-함유 조성물을 물에 침지시켜 그 표면 상의 수분 공급원과의 밀접한 접촉을 시뮬레이션하였다. 침지 전에 청색 착색이 관찰되었다(도 7a). 침지 후에, 착색은 적색/분홍색으로 변화하였으며, 이는 물 침입을 나타낸다(도 7b). 또한, 장기간이 아니며 긴밀하지 않은 접촉(샤워 중에 물이 튀는 것)을 시뮬레이션하는 경우에 대한 본 발명의 조성물의 소수성 특성은, 도 7c에서와 같이, 경화된 조성물의 표면을 관찰함으로써 예시되며, 여기서 수분(예를 들어, 요소(500))의 방울은 비드로 보인다.
- [0083] 다양한 실시 형태에서, 흡수제/지시약 성분은 다양한 방식으로 본 발명의 조성물에 혼입될 수 있다. 도 6a를 참조하면, 조직(340)의 상처(360)가 상처 봉합 장치(300)에 접근된다. 상처 봉합 장치(300)의 상부 및 측면에는 흡수제/지시약 입자를 함유하는 국소 피부 접착제(320)가 도포되어 있다. 대안적으로, 도 6b에 도시된 바와 같이 흡수제/지시약 입자가 상처 봉합 장치(400)에 도포될 수 있거나 도 6c에 도시된 바와 같이 상처 봉합 장치(400) 상에 코팅(450)으로서 도포될 수 있다.
- [0084] 순서
- [0085] 성분들의 첨가 순서가 중요하다. 전형적인 코팅 조성물은 하기 방식으로 제조된다. 실리카가 별도의 성분으로서 첨가되는 경우, 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산을, 완전히 균질해질 때까지 최대 2시간 동안, 표면 처리된 실리카와 함께 헥사메틸다이실록산과 같은 제1 용액 중에 분산시킨다(용액 2). 이어서, 헵탄을 첨가하고(용액 3), 1시간 동안 추가로 혼합한 후에 폴리메틸하이드로실록산 가교결합제를 첨가한다. 모든 촉매를 최종 성

분으로서 첨가한 후에 용액을 1시간 더 완전히 블렌딩한다.

- [0086] 하기 단락에서, 중량%는 코팅 용액 중 총 고형물 함량의 중량%이다. 본 발명의 신규한 코팅 조성물은, 높은 가요성 및 내구성을 갖는 실리콘 코팅을 효과적으로 제공하기에 충분한 양의 중합체 성분, 실리카-함유 조성물, 가교결합제, 촉매, 및 용매를 함유할 것이다.
- [0087] 전형적으로, 코팅 용액 중 실리카의 양은 약 5 중량% 내지 약 40 중량%(총 고형물), 더욱 전형적으로 약 10 중량% 내지 약 30 중량%(총 고형물), 그리고 바람직하게는 약 15 중량% 내지 약 25 중량%(총 고형물)일 것이다. 가교결합성 실리콘 중합체의 양은 전형적으로 약 60 중량% 내지 약 95 중량%(총 고형물), 더욱 전형적으로 약 70 중량% 내지 약 90 중량%(총 고형물), 그리고 바람직하게는 약 75 중량% 내지 약 85 중량%(총 고형물)일 것이다. 실리콘 가교결합제의 양은 전형적으로 약 1 중량% 내지 약 15 중량%(총 고형물), 더욱 전형적으로 약 2 중량% 내지 약 10 중량%(총 고형물), 그리고 바람직하게는 약 3 중량% 내지 약 8 중량%(총 고형물)일 것이다. 백금 촉매의 양은 본 발명의 신규한 실리콘 코팅 조성물 내의 총 고형물을 기준으로 하며(총 고형물 중 백금 원소), 전형적으로 약 0.06 중량% 내지 약 0.003 중량%, 더 전형적으로 약 0.04 중량% 내지 약 0.008 중량%, 바람직하게는 약 0.03 중량% 내지 약 0.01 중량%일 것이다. 항미생물제의 양은 본 발명의 신규한 실리콘 코팅 조성물 내의 총 고형물을 기준으로 하며, 전형적으로 약 0.05 중량% 내지 약 2 중량%, 더욱 전형적으로 약 0.1 중량% 내지 약 1.5 중량%, 그리고 바람직하게는 약 0.2 중량% 내지 약 1 중량%일 것이다.
- [0088] 본 발명의 조성물 중의 유기 용매의 양은 전형적으로 약 0 중량% 내지 약 30 중량%, 더 전형적으로 약 10 중량% 내지 약 20 중량%, 바람직하게는 약 12 중량% 내지 약 18 중량%일 것이다. 당업자는 본 발명의 신규한 코팅 조성물에 존재하는 용매의 양이 몇몇 요인에 따라 달라질 것이며, 코팅 조성물 내의 용매 양은 효과적인 코팅을 제작하도록 선택될 것임을 이해할 것이다. 전형적으로 고려되는 요인은 도포 방법, 경화 방법, 이용되는 코팅 장비, 주위 조건, 두께 등을 포함한다. 본 발명의 코팅 조성물의 각각의 성분은 이들 성분의 블렌드로 이루어질 수 있는 것으로 이해될 것이다. 예를 들어, 상이한 작용기 및/또는 분자량을 갖는 둘 이상의 가교결합성 실리콘 중합체가 사용될 수 있는 등이다.
- [0089] 실제로 그리고 대부분의 구매가능한 백금 경화된 실리콘 재료와 유사하게, 본 발명의 실리콘계 국소 피부 접착제는 후술되는 바와 같이 동일한 부피의 파트 A 및 파트 B 성분을 혼합함으로써 2-파트 키트로 제공된다.
- [0090] 개요로서, 고속 혼합기를 사용하여, 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산을 백금 테트라메틸다이비닐 다이실록산 다이에틸 말레에이트 촉매, 실리카 입자 및 선택적으로 지방족 유기 용매와 혼합하여 키트의 파트 A를 형성한다. 고속 혼합기를 사용하여, 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산을 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산 가교결합제, 실리카 입자, 항미생물제(원하는 경우) 및 선택적으로 지방족 유기 용매와 혼합하여 키트의 파트 B를 형성한다.
- [0091] 기재에 도포할 때, 정적 혼합기를 사용하여 2-파트 키트의 동일한 양을 혼합한 다음, 피부와 같은 기재의 표면에 펴 발랐다. 본 발명의 조성물은 국소 피부 접착제와 같은 상처 봉합 응용에 매우 적합하다. 일반적으로, 이러한 조성물은 약 19°C의 온도에서 비점착 특성 또는 접촉으로 경화되는 것으로 입증되었다. 약 28°C의 온도에서, 조성물은 약 2 내지 5분 만에 경화된다.
- [0092] 상기에 언급된 바와 같이 그리고 당업자에 의해 이해되는 바와 같이, 본 발명의 실리콘 조성물은 몇 분 만에 끈적이지도 않고 점착성도 아닌 필름으로 경화된다. 대조적으로, 일부 실리콘 접착제, 예컨대 실리콘 감압 접착제(PSA)는 본질적으로 끈적이거나 점착성이며 접착제의 전체 사용 가능한 수명 동안 그러하도록 의도된다. 점착성 실리콘 PSA의 이러한 사용 가능한 수명은 최대 몇 년일 수 있다. 본 발명의 조성물 및 실시예의 비점착성은 ASTM C679에 의해 측정된다.
- [0093] 대체적으로, ASTM C679는 경화 실란트가 필름에 그 자체로 부착되지 않고 필름이 표면으로부터 박리될 때 깨끗해 보일 때까지 규칙적인 간격으로 경화 실란트의 표면을 폴리에틸렌 필름과 가볍게 접촉시키는 것으로 이루어진다. 더 구체적으로, 폴리에틸렌 필름의 스트립을 경화 탄성중합체의 표면 상에 배치하고, 30 g 추를 필름 상에 배치한다. 추를 30초 동안 제자리에 두고, 이어서 제거하고, 폴리에틸렌 스트립을 제거하고, 필름에 대한 실란트 부착을 검사한다. 실란트가 주어진 표면 상에 처음 도포된 때부터 실란트가 필름에 의해 더 이상 픽업되지 않을 때까지의 시간 길이는 무점착 시간으로 불리며 필름이 비점착 속성을 나타내는 시점이고, 이는 실란트가 경화되었다는 증거이다.
- [0094] 경화 시, 본 발명의 경화성 조성물은 특히 무릎, 팔꿈치와 같은 구부릴 수 있는 관절 상의 상처 봉합 위에 도포하는 데 유용한 신축성, 가요성 및 탄성 특성을 나타낸다. 선택적으로, 다양한 상처 봉합 장치와 조합된 본 발

명의 경화성 조성물은 구부릴 수 있는 관절 위의 상처 또는 구부릴 수 있는 관절 위가 아닌 상처, 예컨대 임의의 조직 영역, 예를 들어, 신체, 복부, 팔, 다리, 어깨, 등 부위 및 유사한 부위 위의 이러한 일반적인 외과적 봉합을 포함하는, 임의의 상처 봉합 위에 도포될 수 있다.

[0095] 본 발명의 조성물은 경화성 액체 또는 반액체, 유동성 조성물로서 직접 상처 상에 도포될 수 있거나, 다공성 유동성 조성물-투과성 상처 봉합 장치 위에 도포될 수 있다.

[0096] 상처 봉합 시스템

[0097] 상기에 언급된 바와 같이, 본 발명의 조성물은 상처 봉합 장치와 조합하여 사용하기에 적합하다.

[0098] 본 발명에 사용하기에 적합한 상처 봉합 장치는 상처를 봉합하도록 구성된 임의의 장치를 포함한다. 가장 유용한 상처 봉합 장치는 상처 봉합 스트립, 테이프, 패치 또는 상처를 봉합하기에 적합한 임의의 다른 재료, 가장 바람직하게는 스트립이다. 바람직하게는, 상처 봉합 장치는 다공성이며, 유동성 중합성 접착제가 장치에 침투할 수 있게 하고, 접합되는 조직 표면에 대한 장치의 적절한 접합을 가능하게 할 것이다.

[0099] 상처 봉합 장치는 상처 대향 면 및 상부 면을 포함한다. 상처 대향 면은 상처 대향 면의 적어도 일부분에 걸쳐 도포된 감압 접착제(PSA)와 같은 접착제를 추가로 포함할 수 있다. PSA는 초기에 상처의 접근에 유용하다. 상처 봉합 장치는 바람직하게는 다공성이다. 본 명세서에서 "다공성"이란 상처 봉합 장치의 대부분이 기공을 가져서 후속 도포되는 중합성 접착제 조성물이 벌크 재료에 빨려 들어가거나 흡수되거나, 또는 상처 봉합 장치의 대부분이 (네트 또는 스크린과 같이) 공극을 가져서 후속 도포되는 중합성 접착제 조성물이, 벌크 재료에 의해 빨려 들어가거나 흡수되는 상태로 또는 그렇지 않은 상태로, 벌크 재료를 바로 통과하는 것 중 어느 하나를 의미한다. 예를 들어, 텍스타일(textile) 재료의 경우에, "다공성"은 도포된 접착제 조성물이 섬유들 사이의 틈새에 침투하고 이를 통과하지만, 반드시 섬유들 그 자체 내로 그리고 이들을 통과하지는 않음을 의미하는 데 일반적으로 사용된다. 바람직하게는, 상처 봉합 장치는 메시(mesh) 스트립이다.

[0100] 그러한 다공성(또는 소수성 또는 친수성과 같은 다른 특성)은 또한 중합 개시제 또는 속도 변경제(rate modifier)가 사용 전 상처 봉합 장치 내에 또는 그 상에 로딩되어, 후속 도포되는 중합성 접착제 조성물을 개시하게 할 것이다. 그러한 다공성은 또한 바람직하게는 공기 및 유체가 기공 그 자체를 통해 또는 벌크 재료 내의 공극을 통해 상처 봉합 장치를 통과하게 할 것이다. 다공도 및/또는 개구의 크기에 따라, 메시의 그러한 다공성 또는 공기 및 유체가 메시지를 통해 침투하는 능력은 최종 복합 재료 형성 후에 유지되거나 최종 복합 재료에 부재하도록 조정될 수 있다. 또한, 상처 봉합 장치는 생물학적 조직과 같은 상처를 덮는 데 사용되고자 하기 때문에 바람직하게는 비독성이다. 이와 같이, 상처 봉합 장치는 원하는 기재(예를 들어, 조직, 피부, 기관 등)와 생물학적으로 상용성이어야 하며, 바람직하게는 정부에 의해 승인되거나 원하는 목적에 대해 일반적으로 안전하다고 여겨지는 재료이다. 예로서, 적합한 상처 봉합 장치는 메시 재료이며, 본 명세서에 전체적으로 참고로 포함된 미국 특허 출원 공개 제2006/0009099호 및 제2005/0182443호에 개시된다.

[0101] 상처 봉합 장치는 텍스타일 또는 메시/웹 재료일 수 있다. 적합한 텍스타일 재료는 합성 재료 또는 천연 재료 중 어느 하나로 형성될 수 있다. 그러한 텍스타일 재료는 직조 또는 부직 천 또는 재료 중 어느 하나로 형성될 수 있다. 상처 봉합 장치는, 예를 들어, 임의의 적합한 중합체성 필름, (개방 셀형 폼(open celled foam)을 포함하는) 플라스틱 폼, 직조 천, 편직 천, 부직 천, 이들의 혼합물 등일 수 있다. 따라서, 구체적으로, 적합한 상처 봉합 장치는, 예를 들어, 나일론, 폴리올레핀, 예컨대 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 에틸렌 프로필렌 공중합체, 및 에틸렌 부틸렌 공중합체, 아크릴, 레이온, 폴리우레탄, 폴리우레탄 폼, 폴리스티렌, 가소화된 폴리비닐클로라이드, 폴리에스테르, 예컨대 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET), 폴리아미드, 폴리락트산, 폴리글리콜산, 폴리카프로락톤, 상기한 것들의 공중합체 혼합물, 천연 재료, 예컨대 면, 실크 및 리넨, 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE), 생체관형(biovascular) 재료, 콜라겐, 고어-텍스(Gore-Tex)(등록상표), 다크론(DACRON)(등록상표) 등으로부터 제조될 수 있다. 바람직한 상처 봉합 장치 재료는 천연이든 또는 OH 작용기를 부여하는 표면 처리("OH 표면-처리")에 의해서든 표면 상에 OH 작용기를 함유하는 것들이다. 이들 재료는 폴리에스테르, 나일론, 아크릴, 레이온, 폴리우레탄, 폴리우레탄 폼, 폴리스티렌, 폴리에스테르, 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET), 폴리아미드, 폴리락트산, 폴리글리콜산, 폴리카프로락톤, 상기한 것들의 공중합체 혼합물, 및 면, 실크 및 리넨을 포함하며 이로 한정되지 않는다. OH 작용기가 표면에 부여된 적합한 표면-처리된 재료는 PTFE, OH 표면-처리된 폴리프로필렌 및 OH 표면-처리된 폴리에틸렌을 포함하지만 이로 한정되지 않는다.

[0102] 상처 봉합 장치는 합성, 반합성, 또는 천연 유기 재료로 형성될 수 있다. 따라서, 예를 들어, 메시는 합성 또는 천연 중합체 재료로 형성될 수 있지만, (은, 강 등과 같은) 금속 또는 유리 또는 세라믹과 같은 재료로부터

는 형성되지 않을 수 있다. 상처 봉합 장치는 생분해성일 수 있거나 생분해성이 아닐 수 있다. 상처 봉합 장치는 바람직하게는 내인열성이다.

[0103] 상처 봉합 장치의 두께는 약 0.1 mm 내지 약 25 mm일 수 있다. 다른 실시 형태에서, 상처 봉합 장치의 두께는 약 0.5 mm 내지 약 20 mm, 바람직하게는 약 0.7 mm 내지 약 10 mm, 가장 바람직하게는 약 1 mm 내지 약 5 mm이다.

[0104] 상처 봉합 장치가 스트립인 경우, 스트립은 약 2 cm 내지 약 40 cm, 바람직하게는 약 10 내지 약 30 cm, 가장 바람직하게는 25 cm의 길이일 수 있다. 스트립은 0.1 내지 약 8 cm, 바람직하게는 약 2 내지 6 cm, 더욱 바람직하게는 약 4 cm의 폭일 수 있다.

[0105] 상처 봉합 장치는 탄성하도록 또는 약간의 기억 효과(memory effect)를 갖도록 선택될 수 있다. 그러한 실시 형태에서, 메시의 탄성 특성은 바람직하게는, 예를 들어, 상처 예지 접근을 유지하도록 적용 부위에 소정 정도의 압력 또는 응력을 제공할 수 있다. 마찬가지로, 적용 부위에서의 그러한 추가 정도의 압력 또는 응력이 필요하지 않은 실시 형태에서, 메시는 탄성이 더 적거나 없도록 선택될 수 있다.

[0106] 상처 봉합 장치는 생분해성일 수 있거나 생분해성이 아닐 수 있다. "생분해성"이란, 메시가 생체 내에서 시간 경과에 따라 생분해되어, 설정 기간 후에 메시지를 물리적으로 제거할 필요가 없음을 의미한다. 따라서, 예를 들어, 생분해성 메시는, 생체 내 환경에서, 약 1주 내지 약 5년의 기간에 걸쳐 생분해되는 것이다. 비생분해성 재료는 생체 내 환경에서 약 5년 이내에 생분해되지 않는 것이다. 따라서, 그러한 비생분해성 재료는 시간 경과에 따라 천천히 분해되기보다는 원하는 시간에 상처 봉합 스트립의 물리적 제거를 필요로 하거나, 또는 조직으로부터 자연적으로 떨어져 나갈 수 있다.

[0107] 상처 봉합 장치는 그 내에 또는 그 상에 위치된 하나 이상의 화학 재료를 포함할 수 있다. 예를 들어, 하나의 화학 물질이 상처 봉합 장치 내에 또는 그 상에 분산될 수 있으며, 예를 들어, 상처 봉합 장치에 화학적으로 결합되거나, 물리적으로 결합되거나, 흡수되거나, 흡착될 수 있다. 상처 봉합 장치 내에 또는 그 상에 존재할 수 있는 이러한 화학 물질에는 복합 구조체의 성능을 향상시키는 임의의 적합한, 바람직하게는 상용성인 첨가제가 포함되지만 이에 한정되지 않는다. 그러한 추가적인 화학 물질은 생체활성일 수 있거나 비-생체활성일 수 있다. 따라서, 적합한 다른 화학 물질에는 착색제 (예를 들어, 잉크, 염료 및 안료), 향료(scent), 화학적으로 탈착되지 않는 보호 코팅, 온도 감응성 제제, 약물, 상처 치유제, 항미생물제 등이 포함되지만 이에 한정되지 않는다.

[0108] 실시예

[0109] 실시예 1. 신규한 백금 촉매 (합성 절차)

[0110] 44.50 g의 젤레스트 SIP 6831.2(자일렌 중의 2.2% 백금 다이비닐 테트라메틸다이실록산 착물, 카르스테트 촉매)를 2 g의 다이에틸 말레에이트와 24시간 동안 주위 온도에서 혼합하였다. NMR 시험을 위해 3시간, 18시간 및 24시간 후에 샘플을 취하였고, 3시간 샘플에 대한 NMR 스펙트럼이 도 1에 나타나 있다.

[0111] 신규 촉매의 형성은 NMR 분광 식별에 따른 도식 1에 대한 증거이다. 카르스테트 촉매는 약 -6111 ppm에서 특징적인 ¹⁹⁵Pt 신호를 갖는 것으로 알려져 있다.

[0112] 실시예 1의 혼합물을 3시간 동안 혼합한 후에, 도 1에서 3시간에서의 이 혼합물의 NMR 스펙트럼에 예시된 바와 같이 -6111 ppm에서의 카르스테트 촉매에 대한 원래 신호와 함께 -6082 ppm에서의 새로운 ¹⁹⁵Pt 신호가 관찰되었다. 새로운 신호의 강도는 시간 경과에 따라 증가하는 반면, 카르스테트 촉매 신호의 강도는 동시에 감소하였다.

[0113] 시험 샘플 조성물의 제조

[0114] 진술한 바와 같이, 실리콘계 국소 피부 접착제는 동일한 부피의 파트 A 및 파트 B 성분을 혼합함으로써 2-파트 키트로 제공된다. 하기 실시예는, 제조된 후에 함께 혼합되는 조성물의 각 파트의 성분들을 기재한다.

[0115] 실시예 2. 실리콘계 국소 피부 접착제의 제조 - 항미생물제 없음

[0116] 파트 A

[0117] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍(FlackTek) DAC150 FV-K)를 사용하여 40 g의 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산(젤레스트 DMSV41)을 2.6 g의 실시예 1의 생성된 촉매와 함께, 10 g의 표면 처리된 실리카 입

자(젤레스트 SIS6962.0)와 혼합하였다.

- [0118] 파트 B
- [0119] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 40 g의 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실록산(젤레스트 DMSV41)을 3.34 g의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산(젤레스트 HMS301)과 함께, 10 g의 표면 처리된 실리카 입자(젤레스트 SIS6962.0)와 혼합하였다.
- [0120] 실시에 3, 시판 실리카 함유 실리콘 원료를 사용한 실리콘계 국소 피부 접착제의 제조 - 향미생물제 없음
- [0121] 파트 A
- [0122] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘켄(Elkem) 44 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 4.72 g의 실시에 1의 생성된 촉매, 9.0 g의 저분자량 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체(젤레스트 DMS V21) 및 26 g의 핵산과 혼합하였다.
- [0123] 파트 B
- [0124] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 81 g의 엘켄 44 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 8.1 g의 폴리메틸 하이드로 실록산 가교결합제(젤레스트 DMS H991), 2.7 g의 SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 사슬 연장제(젤레스트 DMS H21) 및 10.2 g의 핵산과 혼합하였다.
- [0125] 대조예: 실리카 결합제가 없고 통상적인 카르스테트 촉매를 사용하는 대조예 - 향미생물제 없음
- [0126] 파트 A
- [0127] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 40 g의 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실록산(젤레스트 DMSV41)을 2.6 g의 카르스테트 촉매 자일렌 용액(자일렌 중 1%의 젤레스트 SIP 6831.2)과 혼합하였다.
- [0128] 파트 B
- [0129] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 40 g의 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실록산(젤레스트 DMSV41)을 3.34 g의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산(젤레스트 HMS301)과 혼합하였다.
- [0130] 실시에 4A 0.25% 로딩의 트라이클로산을 갖는 본 발명의 실리콘계 향미생물 국소 피부 접착제의 제조
- [0131] 파트 A
- [0132] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘켄 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 0.62 g의 실시에 1, 0.90 g의 젤레스트 SIP 6831.2(자일렌 중 2.2% 백금 다이비닐 테트라메틸다이실록산 착물), 9.0 g의 저분자량 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체(젤레스트 DMS V21)와 혼합하였다.
- [0133] 파트 B
- [0134] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘켄 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 9.0 g의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸 실록산 가교결합제(젤레스트 DMS H301), 3.0 g의 SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 사슬 연장제(젤레스트 DMS H21) 및 0.5 g의 트라이클로산과 혼합하였다.
- [0135] 실시에 4B, 0.50% 로딩의 트라이클로산을 갖는 본 발명의 실리콘계 향미생물 국소 피부 접착제의 제조
- [0136] 파트 A
- [0137] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘켄 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 0.62 g의 실시에 1, 0.90 g의 젤레스트 SIP 6831.2(자일렌 중 2.2% 백금 다이비닐 테트라메틸다이실록산 착물), 9.0 g의 저분자량 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체(젤레스트 DMS V21)와 혼합하였다.
- [0138] 파트 B

- [0139] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘캠 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 9.0 g의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸 실록산 가교결합체(젤레스트 DMS H301), 3.0 g의 SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 사슬 연장제(젤레스트 DMS H21) 및 1.0 g의 트라이클로산과 혼합하였다.
- [0140] 실시에 4C, 0.75% 로딩의 트라이클로산을 갖는 본 발명의 실리콘계 항미생물 국소 피부 접착제의 제조
- [0141] 파트 A
- [0142] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘캠 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 0.62 g의 실시에 1, 0.90 g의 젤레스트 SIP 6831.2(자일렌 중 2.2% 백금 다이비닐 테트라메틸다이실록산 착물), 9.0 g의 저분자량 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체(젤레스트 DMS V21)와 혼합하였다.
- [0143] 파트 B
- [0144] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘캠 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 9.0 g의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸 실록산 가교결합체(젤레스트 DMS H301), 3.0 g의 SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 사슬 연장제(젤레스트 DMS H21) 및 1.5 g의 트라이클로산과 혼합하였다.
- [0145] 실시에 4D, 대조예: 0% 로딩의 트라이클로산을 갖는 실리콘계 국소 피부 접착제의 제조
- [0146] 파트 A
- [0147] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘캠 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 0.62 g의 실시에 1, 0.90 g의 젤레스트 SIP 6831.2(자일렌 중 2.2% 백금 다이비닐 테트라메틸다이실록산 착물), 9.0 g의 저분자량 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체(젤레스트 DMS V21)와 혼합하였다.
- [0148] 파트 B
- [0149] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘캠 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 9.0 g의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸 실록산 가교결합체(젤레스트 DMS H301), 3.0 g의 SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 사슬 연장제(젤레스트 DMS H21)와 혼합하였다.
- [0150] 실시에 5, 시험 샘플의 제조 및 시험 절차의 설명 시험 절차 상처 봉합 스트립 시험 샘플 제조:
- [0151] 8 인치 x 11 인치 합성 기재(또는 바이오 기재)를 4 인치 x 11 인치의 치수로 2개의 반부로 절단하였다. 1 인치 폭의 PSA(감압 접착제) 코팅된 폴리에스테르 메시를 절단선을 따라 배치하여 2개의 반부 조각을 함께 유지하였다. 전술한 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 혼합하고, 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다.
- [0152] 유지 강도 시험:
- [0153] 이 시험은 PSA 코팅된 메시 및 도포된 실리콘 TSA 조성물에 근접한 기재를 분리하는 데 필요한 힘을 평가하였다. 이 방법은 ASTM F2458: 조직 접착제 및 실란트의 상처 봉합 강도에 대한 표준 시험 방법(Standard test method for wound closure strength in tissue adhesive and sealant)을 기반으로 하였다.
- [0154] 합성 기재(마일라(Mylar))를 시험에 사용하였고, 선택된 샘플을 또한 돼지 피부 상에서 시험하였다. 합성 기재의 폭은 1 인치였고 돼지 피부는 2 인치였고, 변형률은 분당 20 인치였다.
- [0155] 박리 시험.
- [0156] T-박리 강도 시험을 ASTM F2256: 장력 로딩에 의한 T-박리에서 조직 접착제의 강도 특성에 대한 표준 시험 방법(Standard test method for Strength Properties of Tissue Adhesives in T-Peel by Tension Loading)에 따라 수행하였다.
- [0157] T-박리 구성에서 실리콘계 TSA로 코팅된 메시의 평균 박리 강도는 분당 10 인치의 변형률에서 수행된다.

- [0158] 억제 구역 시험:
- [0159] 실리콘 TSA 시험 물품을 함유하는 트라이클로산을 시험 유기체가 접종된 한천 배지 내에 넣는다. 항미생물제 트라이클로산이 실리콘 담체를 통해 한천 배지 내로 확산되는 경우, 그리고 항미생물제의 농도가 최소 억제 농도(minimum inhibitory concentration; MIC)를 초과하는 한, 민감성 유기체들 중 어느 것도 어느 정도 거리에 걸쳐 디스크 상에 또는 디스크 주위에서 성장하지 않을 것이다. 이 거리는 억제 구역(ZOI)으로 불린다. 항미생물제가 배지 내에서 소정 확산 속도를 갖는다고 가정하면, 시험 물품 주위의 ZOI의 존재는 달리 만족스러운 성장 배지에서 항미생물제의 존재에 의해 유기체가 억제됨을 나타낸다. ZOI의 직경은 MIC에 반비례한다.
- [0160] 트라이클로산 함유 실리콘 코팅된 시험 물품을, 이러한 ZOI 시험을 이용하여 항미생물 특성에 대해 시험하였다. ZOI 시험은 관심 대상의 특정 박테리아 균주에 대한 항미생물 물질의 억제 효과를 평가하기 위한 통상적인 방법이다. ZOI 분석은 확산성 제제를 시험하는 데 유용하다. 작용제가 디스크로부터 멀리 확산됨에 따라, 농도는 대수적으로 감소한다. 작용제에 대한 유기체의 감도는 성장이 일어나지 않는 구역, 즉 억제 구역의 외관 및 크기에 의해 판정된다.
- [0161] 트라이클로산 함유 실리콘 코팅된 시험 물품을 개별 멸균 페트리 접시 내에 무균적으로 넣고, 황색포도상구균(*Staphylococcus aureus*) 또는 대장균의 10개의 콜로니-형성 단위(CFU)를 함유하는 100 마이크로리터의 접종물로 challenge하였다. 트립티카제 대두 한천을 각각의 접시에 붓고 고화되게 두었다. 플레이트를 37°C에서 48시간 동안 인큐베이션하였다. 인큐베이션 후, 플레이트를 암시야 콜로니 계수기 하에서 검사하고, 억제 구역을 측정하였다.
- [0162] 유지 강도 시험 샘플
- [0163] 합성 기재, 폴리에스테르 필름(0.05 인치 두께의 듀랄라(Duralar)(등록상표) 필름, 미국 오하이오주 메이플 하이츠 소재의 그라픽스 플라스틱스(Grafix Plastics)
- [0164] 1.0 인치 폭의 PSA(감압 접착제) 코팅된 폴리에스테르 메시(로트# 16204, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 이노바이즈(Innovize))를 절단선을 따라 배치하여 전술한 4 인치 x 11 인치의 듀랄라 필름의 2개의 반부 조각을 함께 유지하였다. 각각의 하기 실시예의 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 각각 혼합하고(실시예 2, 실시예 3, 대조예, 실시예 4A 내지 실시예 4C 및 대조예 4D), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다. 샘플을 31°C에서 2 내지 5분 건조시켰다. 시험을 위해, 덮인 메시 샘플 각각의 1 인치 폭의 스트립 5개를 절단하였다.
- [0165] 바이오 기재 (돼지 피부)
- [0166] 돼지 피부의 2 인치 x 8 인치 샘플을 2 인치 x 4 인치의 치수로 2개의 반부로 절단하였다. 1.5 인치 폭의 PSA(감압 접착제) 코팅된 폴리에스테르 메시를 절단선을 따라 배치하여 2개의 반부 조각을 함께 유지하였다. 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 혼합하고(실시예 3), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다.
- [0167] 박리 시험 샘플
- [0168] 합성 기재(폴리에스테르 필름, 0.05 인치 두께의 듀랄라(등록상표) 필름, 미국 오하이오주 메이플 하이츠 소재의 그라픽스 플라스틱스
- [0169] 폴리에스테르 메시(로트# 16204, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 이노바이즈) 상에 코팅된 5 인치 x 5 인치 PSA(감압 접착제)를 동일한 치수의 폴리에스테르 기재 상에 배치하였다. 각각의 하기 실시예의 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 각각 혼합하고(실시예 2, 실시예 3, 대조예, 실시예 4A, 실시예 4B, 및 실시예 4C 및 대조예 4D), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다. 덮인 메시 샘플 각각을 건조시키고 31°C에서 하룻밤(즉, 8시간 이상) 유지한 후에, 시험을 위해 1 인치 폭의 시편 5개를 절단하였다.
- [0170] 바이오 기재 (55세 아시아인 남성의 팔)
- [0171] 폴리에스테르 메시 상에 코팅된 3 인치 x 1 인치 PSA(감압 접착제)를 55세 아시아인 남성의 왼쪽 팔 상에 배치하였다. 각각의 하기 실시예의 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 각각 혼합하고(실시예 3 및 대조예), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다.

[0172] 바이오 기재 (돼지 피부)

[0173] 폴리에스테르 메시(로트# 16204, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 이노바이즈) 상에 코팅된 5 인치 x 1.5 인치 PSA(감압 접착제)를 거의 동일한 치수의 돼지 피부 조각 상에 배치하였다. 실시예 3의 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 혼합하고, 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다.

[0174] 신장 시험 샘플

[0175] 폴리에스테르 메시(로트# 16204, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 이노바이즈) 상에 코팅된 5 인치 x 5 인치 PSA(감압 접착제)를 테플론(Teflon) 기재 상에 배치하였다. 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 혼합하고(실시예 3 및 실시예 4C), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다. 실리콘 코팅된 폴리에스테르 메시지를 1시간 후 테플론 기재로부터 박리하였다. 시험을 위해 1 인치 폭의 실리콘 코팅된 메시 시편 5개를 절단하였다.

[0176] 성능 시험 결과:

[0177] 1a: 유지 시험 결과 (합성 기재)

[0178] 대조예와 함께, 실시예 2 및 실시예 3의 조성물에 대해 폴리에스테르 필름 상의 유지 시험을 수행하였고; 결과가 표 1에 요약되어 있다.

[0179] [표 1]

샘플	유지 강도 (lb/in)
실시예 2	13.4
실시예 3	17.9
대조예	0.7
실시예 4A	11.6
실시예 4B	11.0
실시예 4C	10.5
실시예 4D	13.1

[0180]

[0181] 표 1을 참조하면, 카르스테트 촉매를 사용한 통상적인 가교결합된 실리콘 중합체(대조예)와 비교하여 폴리실록산 중합체 및 시판 베이스로부터 제조된 본 발명의 실시예에서 폴리에스테르 기재 상의 유지력이 현저히 더 우수하다는 것을 알 수 있다. 추가로, 향미생물체 함유 실시예(실시예 4A, 실시예 4B 및 실시예 4C)와 비-향미생물체 함유 실시예(실시예 2, 실시예 3 및 실시예 4D) 사이에서 유지력의 감소가 관찰된다.

[0182] 1b: 유지 시험 결과 (바이오 기재)

[0183] 실시예 3의 조성물에 대해 돼지 피부 상의 유지 시험을 수행하였다

[0184] 결과가 표 2에 요약되어 있다.

[0185] [표 2]

샘플	유지 강도 (lb)
실시예 3	10.2

[0186]

[0187] 표 2를 참조하면, 돼지 피부 상의 실리콘계 TSA의 유지력은 약 10 lbs인 시아노아크릴레이트계 시판 제품 유지

강도와 비슷함을 알 수 있다.

[0188] 2a: 박리 시험 결과 (합성 기재)

[0189] 대조예 및 실시예 4A 내지 실시예 4C 및 대조예 4D와 함께, 실시예 2 및 실시예 3의 조성물을 사용하여 합성 기재(폴리에스테르) 상의 TSA 조성물의 박리 시험을 수행하였다. 그 결과가 표 3에 요약되어 있다.

[0190] [표 3]

샘플	평균 박리 강도 (lb/in)	최대 박리 강도 (lb/in)
실시예 2	1.3	2.1
실시예 3	2.6	3.1
대조예	0.1	0.2
실시예 4A	1.3	2.4
실시예 4B	1.1	2.0
실시예 4C	1.2	2.3
실시예 4D	1.6	2.8

[0191]

[0192] 표 3을 참조하면, 카르스테트 촉매를 사용한 통상적인 가교결합된 실리콘 중합체와 비교하여 폴리실록산 중합체 및 시판 베이스로부터 제조된 본 발명의 실시예에서 폴리에스테르 기재에 대한 평균 및 최대 박리력이 현저히 더 우수하다는 것을 알 수 있다. (대조예). 추가로, 향미생물체 함유 실시예(실시예 4A, 실시예 4B 및 실시예 4C)와 비-향미생물체 함유 실시예(실시예 2, 실시예 3 및 실시예 4D) 사이에서 박리력은 거의 동일하거나 다소 더 낮은 것으로 관찰된다.

[0193] 2b: 박리 시험 결과 (바이오 기재)

[0194] 실시예 3 및 대조예에 대해 인간 피부 상의 TSA의 박리 시험을 수행하였고 결과가 표 4에 요약되어 있다.

[0195] [표 4]

샘플	평균 박리 강도 (lb/in)	최대 박리 강도 (lb/in)
실시예 3	2.5	3.5
대조예	0.1	0.3

[0196]

[0197] 본 발명의 실시예 3에서 제조된 실리콘 TSA의 박리력은 대조예보다 현저히 더 높다. 또한, 인간 피부 상의 실리콘 TSA의 박리력은 폴리에스테르 기재 상의 동일한 재료의 박리력과 매우 유사하다(표 3 참조).

[0198] 2b: 박리 시험 결과 (바이오 기재)

[0199] 실시예 3에 대해 돼지 피부 상의 TSA의 박리 시험을 수행하였고 결과가 표 4a에 요약되어 있다.

[0200] [표 4a]

샘플	평균 박리 강도 (lb/in)	최대 박리 강도 (lb/in)
실시예 3	0.42	1.04

[0201]

[0202] 3: 신장 시험 결과

[0203] 실시예 3는 그의 원래 길이의 160%로 신장되었다. 신장 전 및 후에 시험 샘플의 치수를 측정하였고 이미지가 도 2a, 도 2b 및 도 2c에 나타나 있다.

[0204] 실시예 4C는 그의 원래 길이의 145%로 신장되었다. 신장 전 및 후에 시험 샘플의 치수를 측정하였고 이미지가 도 3a, 도 3b 및 도 3c에 나타나 있다.

[0205] 이들 도면을 참조하면, 시험 결과는 실시예 3이 그의 원래 치수의 160%로 연신되고 완전히 회복될 수 있는 반면, 실시예 4C의 샘플은 ~이 없었다면 145%로 신장되고 완전히 회복될 수 있었음을 나타낸다. 도시되지 않은 별도의 시험에서, 시아노아크릴레이트 코팅된 폴리에스테르 메시 샘플은 그의 원래 치수의 101%까지 연신될 수 있다. 즉, 1% 신장이 영구 변형을 생성하기에 충분하였다.

[0206] 실시예 6: 억제 구역 시험

[0207] 각각의 실시예로부터 절단된 시험 물품(1 x 1 cm 실리콘 코팅된 폴리에스테르 메시 시편)의 2개 세트를 개별 멸균 페트리 접시 내에 무균적으로 넣고, 황색포도상구균 또는 대장균의 10개의 콜로니-형성 단위(CFU)를 함유하는 100 마이크로리터의 접종물로 챌린징하였다. 트립티카제 대두 한천을 각각의 접시에 붓고 고화되게 두었다. 플레이트를 37°C에서 24시간 동안 인큐베이션하였다. 인큐베이션 후, 플레이트를 암시야 콜로니 계수기 하에서 검사하고, 억제 구역을 측정하였다. 결과가 표 4 및 도 5에 요약되어 있다.

[0208] [표 4]

억제 구역 (mm) - 황색포도상구균

샘플 ID	억제 구역 (mm)				평균 (mm)
	샘플 주위에서 4 회 측정				
실시예 4A, 반복 시험 1	9.7	9.7	10.1	10.2	9.9
실시예 4A, 반복 시험 2	10.4	10.2	10.2	10.4	10.3
실시예 4B, 반복 시험 1	11.9	11.9	11.4	11.9	11.8
실시예 4B, 반복 시험 2	11.2	11.3	11.3	11.2	11.3
실시예 4C, 반복 시험 1	13.2	13.1	13.4	13.1	13.2
실시예 4C, 반복 시험 2	11.4	12.2	12.2	11.8	11.9
대조예 4D, 반복 시험 1	0	0	0	0	0.0
대조예 4D, 반복 시험 2	0	0	0	0	0.0

[0209]

[0210] 표 4를 참조하면, 황색포도상구균에 대해 효과적이지 않은 비-항미생물 조성물(대조예 4D)에 비해 항미생물제를 함유하는 조성물(실시예 4A 내지 실시예 4C)이 황색포도상구균에 대해 효과적임을 알 수 있다.

[0211] 도 4a 및 도 4b는 황색포도상구균으로 챌린징된 트립티카제 대두 한천 플레이트 상의 실시예 4C(0.75% 로딩의 트라이클로산) 및 대조예 - 4D(항균제 없음)에 대한 ZOI를 각각 도시한다. 이들 두 도면을 비교하여 알 수 있는 바와 같이, 실시예 4C는 본 발명의 조성물이 효과적으로 항미생물제를 보유할 수 있음을 입증한다.

[0212] [표 5]

억제 구역 (mm) - 대장균

샘플 ID	억제 구역 (mm)				평균 (mm)
	샘플 주위에서 4 회 측정				
실시예 4A, 반복 시험 1	5.4	5.3	5.9	5.6	5.6
실시예 4A, 반복 시험 2	6.5	6.2	6.4	6.1	6.3
실시예 4B, 반복 시험 1	7.2	7.3	6.8	6.2	6.9
실시예 4B, 반복 시험 2	7.1	7.8	6.4	7.2	7.1
실시예 4C, 반복 시험 1	10.1	9.7	9.7	9	9.6
실시예 4C, 반복 시험 2	10.1	10.2	9.9	9.6	10.0
대조예 4D, 반복 시험 1	0	0	0	0	0.0
대조예 4D, 반복 시험 2	0	0	0	0	0.0

[0213]

[0214] 표 5를 참조하면, 대장균에 대해 효과적이지 않은 비-항미생물 조성물(대조예 4D)에 비해 항미생물제를 함유하는 조성물(실시예 4A 내지 실시예 4C)이 대장균에 대해 효과적임을 알 수 있다.

[0215] 도 5a 및 도 5b는 대장균으로 챌린징된 트립티카제 대두 한천 플레이트 상의 실시예 4C(0.75% 로딩의 트라이클로산) 및 대조예 - 4D(항균제 없음)에 대한 ZOI를 각각 도시한다. 이들 두 도면을 비교하여 알 수 있는 바와

같이, 실시예 4C는 본 발명의 조성물이 효과적으로 항미생물제를 보유할 수 있음을 입증한다

- [0216] 실시예 - 무용매 (SF)
- [0217] 일부 실시 형태에서, 유기 용매 무함유 혼합 조성물의 사용이 더 바람직하다. 이러한 실시 형태는 이중-배럴 주사기와 같은 혼합 장치의 내용물이 용매를 사용하여 제조될 수 있는 상황을 포함하는데, 이때 주사기의 내용물이 주사기의 밀봉부를 지나서 누출되거나 용매가 증발한다. 본 발명자들은 저분자량(3000 내지 9000) 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산 및/또는 저분자량(3000 내지 9000) 하이드라이드 말단화된 폴리다이메틸실록산을 치환함으로써 유기 용매의 사용 없이 적합한 조성물이 가능함을 발견하였다. 이러한 유형의 저분자량 비닐 말단화된 또는 하이드라이드 말단화된 폴리다이메틸실록산 화합물 둘 모두는 40 내지 150 cP 범위의 점도를 갖는다. 본 발명자들은 이러한 무용매 제형이 전형적으로 500,000 센티푸아즈 초과 및 수 백만 센티푸아즈 이하의 점도를 갖는 고점도 실리콘 베이스의 점도를 낮출 수 있음을 입증하였다.
- [0218] 이러한 실시 형태에서, 파트 A 조성물은 전형적으로 45,000 내지 75,000 cP의 파트 A 점도로 제어할 때 60 내지 95 중량%(또는 15,000 내지 45,000 cP의 파트 A 점도로 제어할 때 30 내지 100 중량%, 또는 75,000 내지 105,000 cP의 파트 A 점도로 제어할 때 0 내지 40 중량%) 범위의 실리콘 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함); 5 내지 15 중량%의 3000 내지 9000 cP의 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산; 및 본 발명의 촉매:
- [0219] $Pt[(CH_2 = CH)(CH_3)_2Si]_2O \cdot (COCH = CHCO)(C_2H_5O)_2$ 로부터 기인한 100 내지 250 ppm의 원소 백금을 포함한다.
- [0220] 파트 B 조성물은 전형적으로 45,000 내지 75,000 cP 베이스의 파트 B 점도로 제어할 때 60 내지 80 중량%(또는 15,000 내지 45,000 cP 베이스의 파트 B 점도로 제어할 때 0 내지 30 중량%, 또는 75,000 내지 105,000 cP 베이스의 파트 B 점도로 제어할 때 70 내지 100 중량%) 범위의 실리콘 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함); 10 내지 40 중량%의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸 실록산 가교결합제; 및 3 내지 12 중량%의 하이드라이드 말단화된 폴리다이메틸실록산을 포함한다.
- [0221] 전형적으로, 파트 A 조성물과 파트 B 조성물 둘 모두의 점도는 혼합 전에 독립적으로 25,000 내지 100,000 cP의 범위일 것이고, 파트 A 및 파트 B가 서로 함께 사용되는 경우 대략 저점도, 중간 점도 또는 고점도 수준에서 유사한 점도를 가질 것이다.
- [0222] 실시예 1-SF: 신규한 백금 촉매 (합성 절차)
- [0223] 2.7 g의 다이에틸 말레에이트를 3.6 g의 다이에틸 에테르 및 3.6 g의 젤레스트 SIP 6830.3(비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산 중 3.0% 백금 다이비닐 테트라메틸다이실록산 착물, 카르스테트 촉매 - 자일렌 용매 무함유)을 주위 온도에서 24시간 동안 혼합하였다. 이어서, 64.9 g의 젤레스트 SIP 6830.3을 상기 혼합물에 첨가하고, 용기의 뚜껑을 개방한 상태로 추가 72시간 동안 혼합하였다. 마지막으로, 928.8 g의 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실록산(젤레스트 DMS V21)을 첨가하고 추가로 4시간 동안 혼합하였다. 신규한 백금 촉매 마스터 배치는 2055 ppm의 원소 백금을 갖는 신규한 촉매를 함유하며, 본질적으로 나머지는 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산이다.
- [0224] 실시예 2-SF, (저점도) (15,000 내지 45,000 cP)
- [0225] 파트 A
- [0226] 3470 rpm에서 3분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘캠 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유하는 엘캠 실비온(Elkem Silbione) 4020-55로도 알려짐)를 10 g의 실시예 1-SF와 혼합하였다. 이 조성물은 점도가 32,090 cP였다(실시예 7a-SF 참조).
- [0227] 파트 B
- [0228] 3470 rpm에서 3분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘캠 55 실험 베이스를 9.0 g의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸 실록산 가교결합제(젤레스트 HMS H301), 3.0 g의 SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 사슬 연장제(젤레스트 DMS H21)와 혼합하였다. 이 조성물은 점도가 31,160 cP였다(실시예 7a-SF 참조).
- [0229] 실시예 3-SF, 중간 점도 (45,000 내지 75,000 cP)
- [0230] 파트 A

- [0231] 3470 rpm에서 3분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 115 g의 엘캠 55 실험 베이스를 20 g의 엘캠 44 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유하는 엘캠 실비온 4020-44로도 알려짐) 및 15 g의 실시예 1-SF와 혼합하였다. 이 조성물은 점도가 57,900 cP였다(실시예 7a-SF 참조).
- [0232] 파트 B
- [0233] 3470 rpm에서 3분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 80 g의 엘캠 44 실험 베이스를 20 g의 엘캠 55 실험 베이스, 42 g의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸 실록산 가교결합제(젤레스트 HMS 151), 8.0 g의 SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 사슬 연장제(젤레스트 DMS H21)와 혼합하였다. 이 조성물은 점도가 61,500 cP였다(실시예 7a-SF 참조).
- [0234] 실시예 4-SF, 고점도 (75,000 내지 105,000 cP)
- [0235] 파트 A
- [0236] 3470 rpm에서 3분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 엘캠 55 실험 베이스를 45 g의 엘캠 44 실험 베이스 및 15 g의 실시예 1-SF와 혼합하였다. 이 조성물은 점도가 84,000 cP였다. (실시예 7a-SF 참조).
- [0237] 파트 B
- [0238] 3470 rpm에서 3분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 100 g의 엘캠 44 실험 베이스를 42 g의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸 실록산 가교결합제(젤레스트 HMS H151), 8.0 g의 SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 사슬 연장제(젤레스트 DMS H21)와 혼합하였다. 이 조성물은 점도가 94,800 cP였다(실시예 7a-SF 참조).
- [0239] 실시예 5-SF: 접착 성능 시험 샘플의 제조:
- [0240] 유지 강도 시험 샘플
- [0241] 합성 기재, 폴리에스테르 필름(0.05 인치 두께의 듀랄라(등록상표) 필름), 미국 오하이오주 메이플 하이즈 소재의 그래픽스 플라스틱
- [0242] 1.5 인치 폭의 PSA(감압 접착제) 코팅된 폴리에스테르 메시(로트# 16204, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 이노바이즈)를 절단선을 따라 배치하여 전술한 4 인치 x 11 인치의 듀랄라 필름의 2개의 반부 조각을 함께 유지하였다. 각각의 하기 실시예의 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 각각 혼합하고(실시예 2-SF, 실시예 3-SF, 실시예 4-SF), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다. 샘플을 31 °C에서 1 내지 3분 경화시키고 이 온도에서 하룻밤 유지하였다. 덮인 메시 샘플 각각의 1 인치 폭의 스트립 5 조각을 시험을 위해 절단하였다.
- [0243] 박리 시험 샘플
- [0244] 합성 기재(폴리에스테르 필름, 0.05 인치 두께의 듀랄라(등록상표) 필름), 미국 오하이오주 메이플 하이즈 소재의 그래픽스 플라스틱)
- [0245] 폴리에스테르 메시(로트# 16204, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 이노바이즈) 상에 코팅된 5 인치 x 5 인치 PSA(감압 접착제)를 동일한 치수의 폴리에스테르 기재 상에 배치하였다. 각각의 하기 실시예의 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 각각 혼합하고(실시예 2-SF, 실시예 3-SF, 실시예 4-SF), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다. 덮인 메시 샘플 각각을 경화시키고 31°C에서 하룻밤(즉, 8시간 이상) 유지한 후에, 시험을 위해 1 인치 폭의 시편 5개를 절단하였다.
- [0246] 신장 시험 샘플
- [0247] 폴리에스테르 메시(로트# 16204, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 이노바이즈) 상에 코팅된 5 인치 x 5 인치 PSA(감압 접착제)를 폴리에틸렌 기재 상에 배치하였다. 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 혼합하고(실시예 2-SF, 실시예 3-SF 및 실시예 4-SF), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다. 실리콘 코팅된 폴리에스테르 메시지를 1시간 후 테플론 기재로부터 박리하였다. 시험을 위해 1 인치 폭의 실리콘 코팅된 메시 시편 5개를 절단하였다.

[0248] 실시예 6-SF. 시험 절차의 설명

[0249] 점도 측정:

[0250] 브룩필드(Brookfield) DV II+CP 점도계를 사용하여 실시예 2-SF, 실시예 3-SF 및 실시예 4-SF에 대해 점도 측정을 수행하였다. 스피들 12를 모든 측정에 사용하였고 속도는 1 RPM이었다.

[0251] 경화 시간 측정

[0252] ASTM C679: 탄성중합체 실란트의 무점착 시간에 대한 표준 시험 방법(Standard test method for tack-free time of elastomeric sealants). 이 시험은 실란트가 필름에 그 자체로 부착되지 않고 필름이 표면으로부터 박리될 때 깨끗해 보일 때까지 규칙적인 간격으로 경화 실란트의 표면을 폴리에틸렌 필름과 가볍게 접촉시키는 것으로 이루어진다. 더 구체적으로, 폴리에틸렌 필름의 스트립을 경화 탄성중합체의 표면 상에 배치하고, 30 g 추를 필름 상에 배치한다. 추를 30초 동안 제자리에 두고, 이어서 제거하고, 폴리에틸렌 스트립을 제거하고, 필름에 대한 실란트 부착을 검사한다. 실란트가 주어진 표면 상에 처음 도포된 때부터 실란트가 필름에 의해 더 이상 픽업되지 않을 때까지의 시간 길이는 무점착 시간으로 불리며 필름이 비점착 속성을 나타내는 시점이고, 이는 실란트가 경화되었다는 증거이다.

[0253] 박리 시험.

[0254] T-박리 강도 시험을 ASTM F2256: 장력 로딩에 의한 T-박리에서 조직 접착제의 강도 특성에 대한 표준 시험 방법에 따라 수행하였다.

[0255] T-박리 구성에서 실리콘계 TSA로 코팅된 메시의 평균 박리 강도는 분당 10 인치의 변형률에서 수행된다.

[0256] 유지 강도 시험:

[0257] 이 시험은 PSA 코팅된 메시 및 도포된 실리콘 TSA 조성물에 근접한 기재를 분리하는 데 필요한 힘을 평가하였다. 이 방법은 ASTM F2458: 조직 접착제 및 실란트의 상처 봉합 강도에 대한 표준 시험 방법을 기반으로 하였다.

[0258] 합성 기재(마일라)를 시험에 사용하였다. 합성 기재의 폭은 1 인치였고 변형률은 20 인치/분이었다.

[0259] 실시예 7-SF. 성능 시험 결과:

[0260] 7a-SF. 점도 측정.

[0261] 실시예 2-SF, 실시예 3-SF 및 실시예 4-SF의 점도 측정의 결과가 표 1a-SF에 요약되어 있다.

[0262] [표 1a-SF]

샘플	파트 A 점도 (cP)	파트 B 점도 (cP)
실시예 2-SF	32090	31160
실시예 3-SF	57900	61500
실시예 4-SF	84000	94800

[0263]

[0264] 7b-SF. 경화 시간 측정

[0265] 박리 시험 샘플 제조 동안 실시예 2-SF, 실시예 3-SF 및 실시예 4-SF의 조성물에 대해 경화 시간 측정을 수행하였고; 결과가 표 1b-SF에 요약되어 있다.

[0266] [표 1b-SF]

샘플	경화 시간 (초)
실시예 2-SF	110
실시예 3-SF	90
실시예 4-SF	70

[0267] 전술한 내용은 본 발명의 조성물이 2분 미만에 경화될 수 있음을 입증한다.
 [0268]

[0269] 7c-SF: 유지 시험 결과 (합성 기재)

[0270] 실시예 2-SF, 실시예 3-SF 및 실시예 4-SF의 조성물에 대해 폴리에스테르 필름 상의 유지 시험을 수행하였고; 결과가 표 1c-SF에 요약되어 있다.

[0271] [표 1c-SF]

샘플	유지 강도 (lb/in)
실시예 2-SF	11.5
실시예 3-SF	14.9
실시예 4-SF	15.2
대조예 (표 1 참조)	0.7

[0272] 표 1c-SF를 참조하면, 카르스테트 촉매를 사용한 통상적인 가교결합된 실리콘 중합체(대조예, 표1)와 비교하여 폴리실록산 중합체 및 시판 베이스로부터 제조된 본 발명의 실시예에서 폴리에스테르 기재 상의 유지력이 현저히 더 우수하다는 것을 알 수 있다.

[0274] 7d-SF: 박리 시험 결과 (합성 기재)

[0275] 실시예 2-SF, 실시예 3-SF 및 실시예 4-SF의 조성물을 사용하여, 합성 기재(폴리에스테르) 상의 TSA 조성물의 박리 시험을 수행하였다. 결과가 표 1d-SF에 요약되어 있다.

[0276] [표 1d-SF]

샘플	평균 박리 강도 (lb/in)
실시예 2-SF	1.2
실시예 3-SF	1.5
실시예 4-SF	1.6
대조예 (표 3 참조)	0.1

[0277] 표 d-SF를 참조하면, 카르스테트 촉매를 사용한 통상적인 가교결합된 실리콘 중합체와 비교하여 폴리실록산 중합체 및 시판 베이스로부터 제조된 본 발명의 실시예에서 폴리에스테르 기재에 대한 평균 박리력이 현저히 더 우수하다는 것을 알 수 있다. (대조예, 표 3)

[0279] 7e-SF: 신장 시험 결과

[0280] 실시예 2-SF, 실시예 3-SF 및 실시예 4-SF는 그의 원래 길이의 160%로 신장될 수 있고 그의 원래 치수로 회복될

수 있었다.

[0281] 입증된 바와 같이, 본 발명의 신규한 조성물, 상처 봉합 시스템 및 촉매는 종래 기술과 비교하여 많은 이점을 갖는다. 조성물은 특히 인간 피부에 적합한 의료 등급 실리콘 접착제의 형성을 가능하게 한다. 조성물은 기계적 특성 및 접착 특성 둘 모두를 제공하는, 내구성 탄성 구조를 제공한다. 이 촉매는 이중 경화 촉매 작용을 제공하여 폴리실록산 사슬의 가교결합이 필름을 빠르게 형성하면서 주어진 하이드록실 함유 기체에 접착 특성을 형성할 수 있게 한다. 조성물에서 실리콘 충전제의 표면 상의 실라놀 작용기는 이러한 신규한 이중 작용성 촉매의 존재 하에 주어진 표면 상의 하이드록실 작용기와 반응하여 이러한 신규한 실리콘계 접착제에 접착 특성을 제공한다.

[0282] 실시예 7 - 상처 삼출물/수분 흡수제 입자 및 지시약(들)

[0283] 하기 실시예는 상처 봉합 장치로서 사용하는 데 필요한 임계 접착성 및 가요성 특징을 유지하면서 수분 공급원과 밀접하게 접촉할 때 수분을 흡수하는 (그리고 이러한 수분 흡수를 지시하는) 상처 삼출물/수분 흡수제 입자 및/또는 지시약을 포함하는 본 발명의 조성물의 실시 형태의 실현 가능성을 입증한다.

[0284] 대부분의 구매가능한 백금 경화된 실리콘 재료와 유사하게, 본 발명의 물 흡수성 실리콘계 국소 피부 접착제 (TSA)는 동일한 1 대 1 부피의 2-파트 키트로 제공된다.

[0285] 바람직하게는, 전술한 조성물은 전술한 무용매 실리콘 조성물로 제조된다.

[0286] 일반적으로, 고속 혼합기를 사용하여, 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산을 백금 테트라메틸다이비닐 다이실록산 다이에틸 말레이트 촉매, 실리카 입자 및 선택적으로 지방족 유기 용매와 혼합하여 키트의 파트 A를 형성한다. 고속 혼합기를 사용하여, 비닐 말단화된 폴리다이메틸실록산을 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸실록산 가교결합제, 실리카 입자 및 선택적으로 지방족 유기 용매와 혼합하여 키트의 파트 B를 형성한다. 실리카 건조제 입자를 파트 B에 그의 제조 공정 동안 블렌딩한다. 지시 특성을 갖는 이러한 물 흡수성 입자가 구매가능하며 색 변화는 물/수분 흡수를 나타낸다.

[0287] 실시예 7a: 23% 로딩의 건조제를 갖는 실리콘계, 물 흡수성 TSA의 제조

[0288] 23% 건조제를 갖는 물 흡수성 TSA

[0289] 파트 A

[0290] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 E-Kem 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 0.62 g의 실시예 1, 0.60 g의 젤레스트 SIP 6830.3(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실록산 중 3% 백금 다이비닐 테트라메틸다이실록산 착물), 9.0 g의 저분자량 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체(젤레스트 DMS V21)와 혼합하였다.

[0291] 파트 B

[0292] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 32 g의 E-Kem 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 20.5 g의 폴리메틸하이드로-코-폴리다이메틸 실록산 가교결합제(젤레스트 DMS H071), 1.6 g의 SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 사슬 연장제(젤레스트 DMS H21) 및 45.8 g의 실리카 건조제(t.h.e.(등록상표) 건조제, 100% 지시, 미국 미네소타주 빌레리카 소재의 이엠티 밀리포어 코포레이션)과 혼합하였다.

[0293] 대조예 7b: 0% 로딩의 건조제를 갖는 실리콘계 TSA의 제조

[0294] 파트 A

[0295] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 90 g의 E-Kem 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 0.62 g의 실시예 1, 0.62 g의 실시예 1, 0.60 g의 젤레스트 SIP 6830.3(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실록산 중 3% 백금 다이비닐 테트라메틸 다이실록산 착물), 9.0 g의 저분자량 비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체(젤레스트 DMS V21)와 혼합하였다.

[0296] 파트 B

[0297] 3470 rpm에서 5분 동안 고속 원심 혼합기(플렉텍 DAC150 FV-K)를 사용하여 64 g의 E-Kem 55 실험 베이스(비닐 말단화된 폴리다이메틸 실리콘 베이스 중합체 및 건식 실리카 입자를 함유함)를 41 g의 폴리메틸하이드로-코-폴

리다이메틸 실록산 가교결합제(젤레스트 DMS H071), 3.2 g의 SiH 말단화된 폴리다이메틸실록산 사슬 연장제(젤레스트 DMS H21)와 혼합하였다.

[0298] 실시예 7c - 시험 샘플의 제조

[0299] 유지 강도 시험 샘플

[0300] 합성 기재(폴리에스테르 필름, 0.05 인치 두께 듀랄라 필름, 미국 오하이오주 메이플 하이츠 소재의 그래픽 플라스틱(Grafic Plastics)) 8 인치 x 11 인치를 4 인치 x 11 인치 치수의 2개의 반부로 절단하였다. 1 인치 폭의 PSA(감압 접착제) 코팅된 폴리에스테르 메시(로트# 16204, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 이노바이즈)를 절단선을 따라 배치하여 2개의 반부 조각을 함께 유지하였다. 각각의 하기 실시예의 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 각각 혼합하고(실시예 7a 및 대조예 7b), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다. 샘플을 ASTM 678에 따라 31°C에서 3분 건조시켰다. 31°C에 1시간 동안 배치한 후, 시험을 위해 1 인치 폭의 스트립을 절단하였다.

[0301] 박리 시험 샘플

[0302] 합성 기재(폴리에스테르 필름, 0.05 인치 두께의 듀랄라 필름, 미국 오하이오주 메이플 하이츠 소재의 그래픽 플라스틱)

[0303] 폴리에스테르 메시(로트# 16204, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 이노바이즈) 상에 코팅된 5 인치 x 5 인치 PSA(감압 접착제)를 동일한 치수의 마일라 기재 상에 배치하였다. 각각의 하기 실시예의 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 각각 혼합하고(실시예 7a 및 대조예 7b), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다. 샘플을 건조시키고 31°C에 하룻밤 배치한 후, 시험을 위해 1인치 폭의 시편을 절단하였다.

[0304] 신장 시험 샘플

[0305] 폴리에스테르 메시(로트# 16204, 미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 이노바이즈) 상에 코팅된 5 인치 x 5 인치 PSA(감압 접착제)를 테플론 기재 상에 배치하였다. 각각의 하기 실시예의 2-파트 실리콘 TSA 조성물을 각각 혼합하고(실시예 7a 및 대조예 7b), 통상적인 고무 스페출러를 사용하여 메시의 전체 영역을 덮도록 메시 상에 고르게 도포하였다. 실리콘 코팅된 폴리에스테르 메시지를 1시간 후에 테플론 기재로부터 박리하였다. 스트레치 시험을 위해 1 x 5 인치 실리콘 코팅된 메시 시편을 절단하였다.

[0306] 실시예 7d - 성능 시험 결과

[0307] 유지 시험 (합성 기재)

[0308] 실시예 7a 및 대조예 7b의 시험 샘플에 대해 폴리에스테르 필름 상의 유지 시험을 수행하였고 결과가 하기에 요약되어 있다.

샘플	유지 강도 (lb/in)
실시예 7a	11.5
대조예 7b	11.1

[0309]

[0310] 물 흡수성 실리콘계 TSA(실시예 7a, 건조제 함유)에 대한 폴리에스테르 기재 상의 유지력은 비-건조제 실리콘계 TSA(대조예 7b)의 유지력과 유사하다

[0311] 박리 시험 (합성 기재)

[0312] 실시예 7a 및 대조예 7b의 조성물을 사용한 시험 샘플에 대해 합성 기재 상의 TSA의 박리 시험을 수행하였고 결과가 하기에 요약되어 있다.

샘플	평균 박리 강도 (lb/in)
실시예 7a	0.9
대조예 7b	1.1

[0313]

[0314] 관찰된 바와 같이, 폴리에스테르 기재 상의 물 흡수성 실리콘계 TSA(실시예 7a)의 박리력은 비-건조제 실리콘계

TSA(대조예 7b)의 박리력보다 약간 더 낮다.

[0315] 신장 시험

[0316] 실시예 7a의 샘플은 그의 원래 길이의 150%로 신장되었다. 신장 전 및 후에 시험 샘플의 치수를 측정하였고 그의 이미지가 도 7d, 도 7e 및 도 7f에 나타나 있다.

[0317] 물 흡수 시험

[0318] 대략 3.5 X 3.5 X 0.1 cm의 치수를 갖는 실시예 7a의 시험편을 주위 온도에서 24시간 동안 물에 침지시켰다. 물 침지 후에 4.82%의 중량 증가가 관찰되었다. 대조 샘플 7b의 시험편을 동시에 시험하였고 중량 증가는 관찰되지 않았다. 도 7g 및 도 7h에 예시된 바와 같이 시험(실시예 7a)의 색이 청색으로부터 갈색으로 변화하였다.

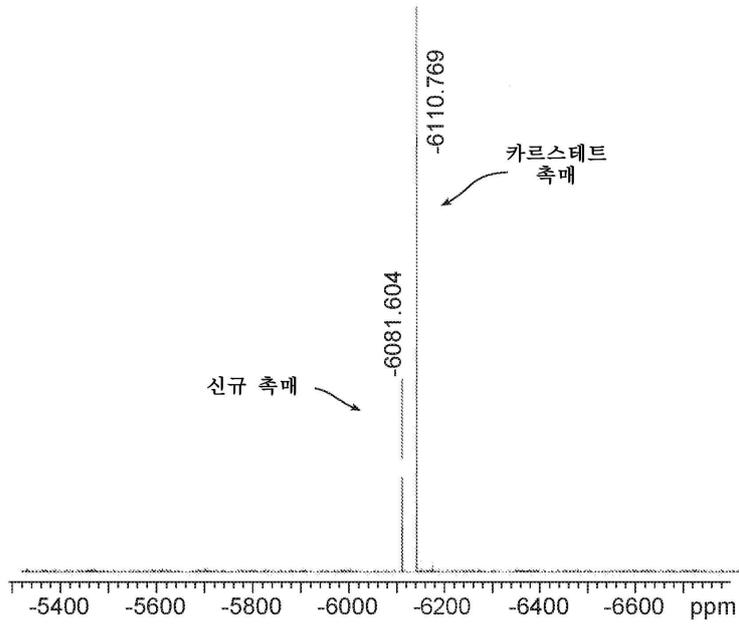
[0319] 상기 실시예에 예시된 바와 같이, 실리콘 TSA 내의 실리카계 건조제의 혼입은 물에 침지될 때 색 변화를 나타낼 수 있다. 예상외로, 가교결합된 폴리다이메틸실록산의 소수성은, 실리콘 TSA가 침지에 의해 물과 완전히 접촉될 때 실리콘 TSA의 매트릭스 내로의 물 침입을 방지하지 못하는 것으로 보이며, 상처 삼출액/분비물과 접촉하는 상처 봉합 장치와 같이 수분 공급원과 일정 기간에 걸쳐 밀접한 접촉하는 경우에도 마찬가지일 것으로 예상될 것이다. 매우 주목할 만한 점은 건조제를 함유하지 않는 대조예와 비교할 때 건조제의 혼입이 실리카계 TSA의 접착력 및 기계적 특성에 영향을 미치지 않는 것으로 보인다.

[0320] 입증된 바와 같이, 본 발명의 신규한 조성물, 상처 봉합 시스템 및 촉매는 종래 기술과 비교하여 많은 이점을 갖는다. 조성물은 특히 인간 피부에 적합한 의료 등급 실리콘 접착제의 형성을 가능하게 한다. 조성물은 기계적 특성 및 접착 특성 둘 모두를 제공하는, 내구성 탄성 구조를 제공한다. 이 촉매는 이중 경화 촉매 작용을 제공하여 폴리실록산 사슬의 가교결합이 필름을 빠르게 형성하면서 주어진 하이드록실 함유 기재에 접착 특성을 형성할 수 있게 한다. 조성물에서 실리콘 충전제의 표면 상의 실라놀 작용기는 이러한 신규한 이중 작용성 촉매의 존재 하에 주어진 표면 상의 하이드록실 작용기와 반응하여 이러한 신규한 실리콘계 접착제에 접착 특성을 제공한다. 추가적으로, 상기에 제공된 실시예에 예시된 바와 같이, 트라이클로산 함유 실리콘 TSA는 피부 봉합 장치를 통해 항미생물제를 전달하기에 효과적인 수단을 제공한다. 트라이클로산의 혼입은 실리콘계 TSA의 외과적 성능 및 접착제의 접착 특성에 유의하게 영향을 미치지 않는 것으로 보인다.

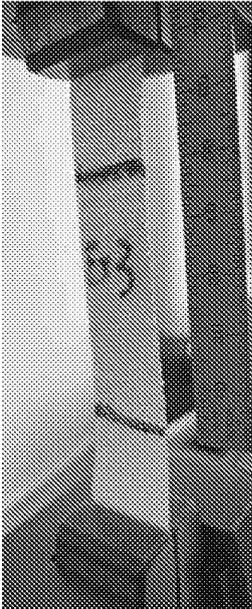
[0321] 본 발명이 본 발명의 상세한 실시 형태에 대해 도시되고 설명되었지만, 그 형태 및 상세 사항에 있어서의 다양한 변화가 청구되는 본 발명의 사상 및 범주로부터 벗어남이 없이 이루어질 수 있다는 것을 당업자는 이해할 것이다.

도면

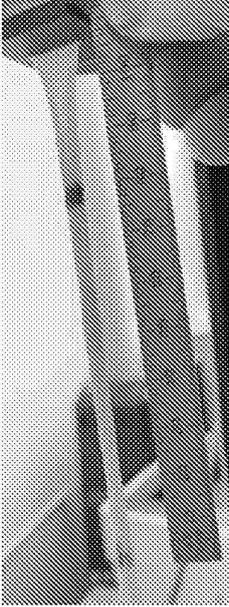
도면1



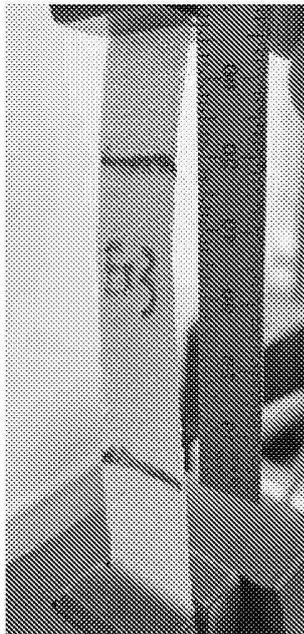
도면2a



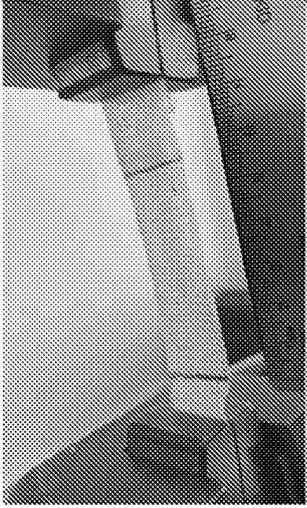
도면2b



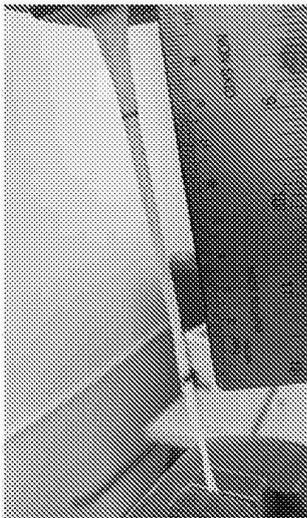
도면2c



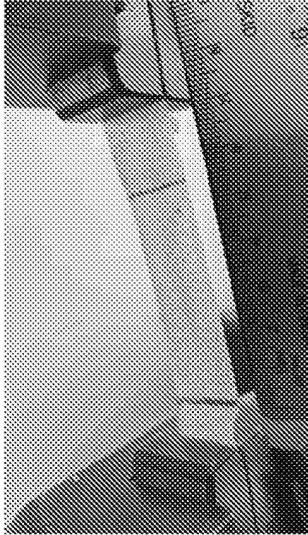
도면3a



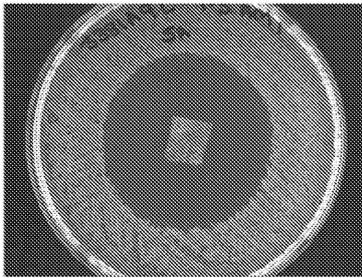
도면3b



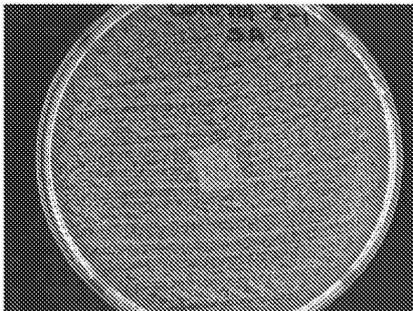
도면3c



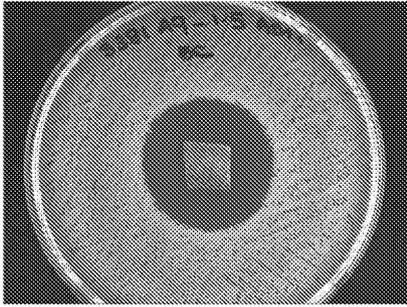
도면4a



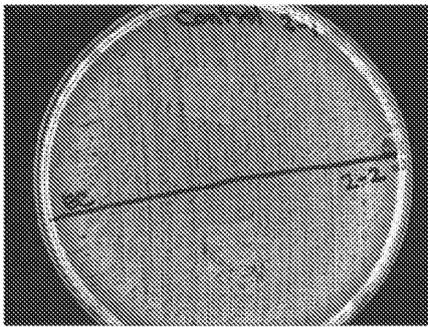
도면4b



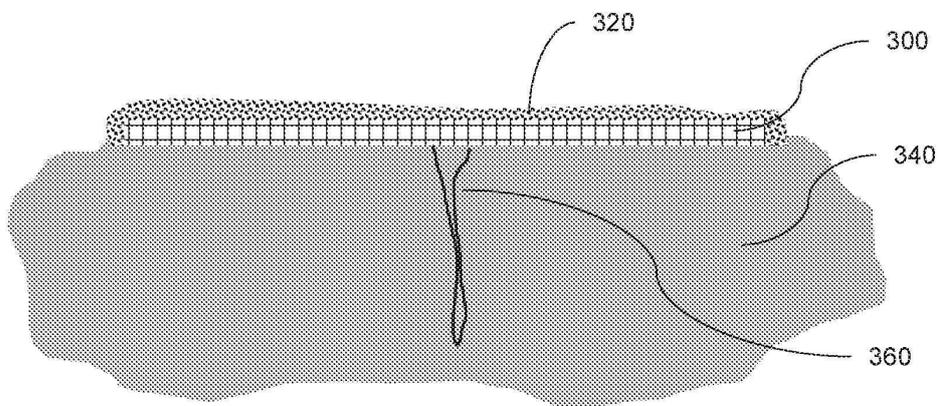
도면5a



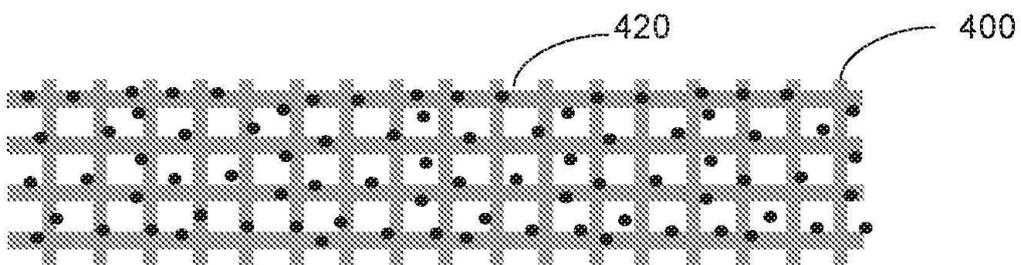
도면5b



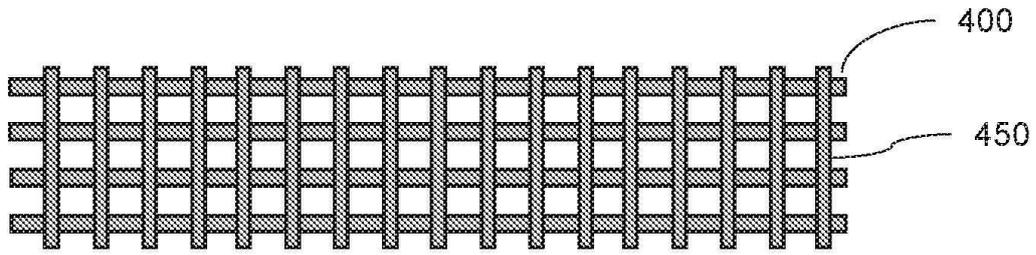
도면6a



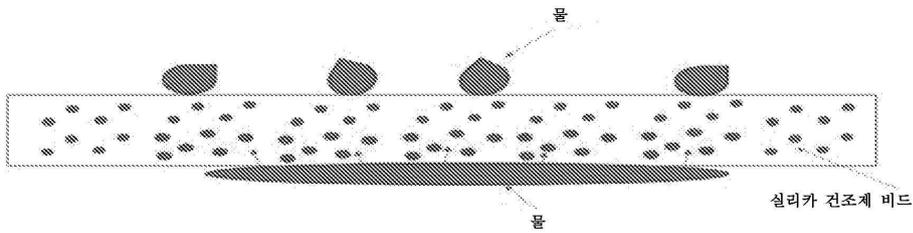
도면6b



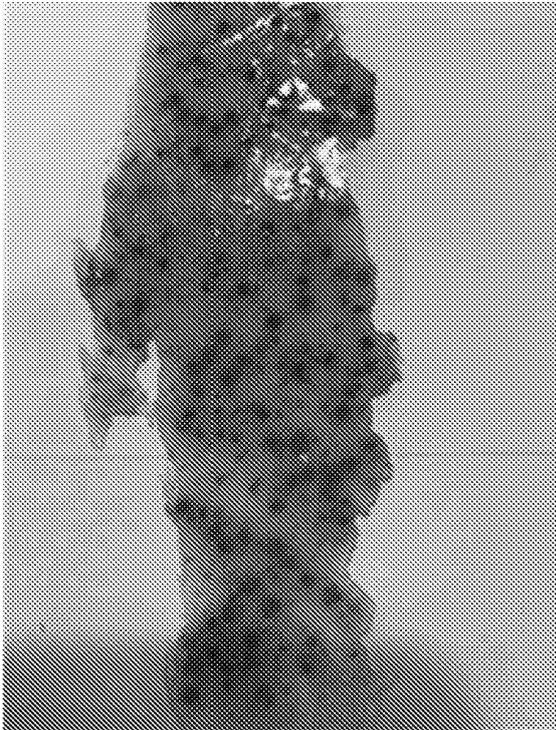
도면6c



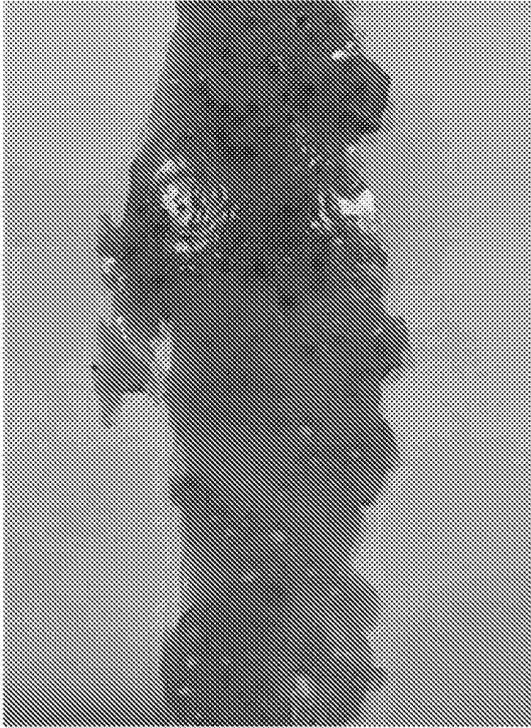
도면7



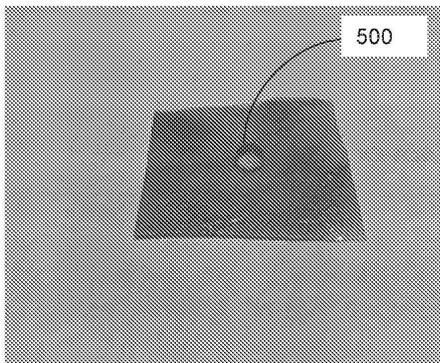
도면7a



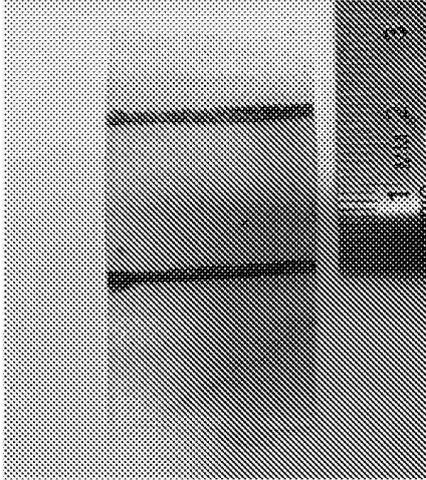
도면7b



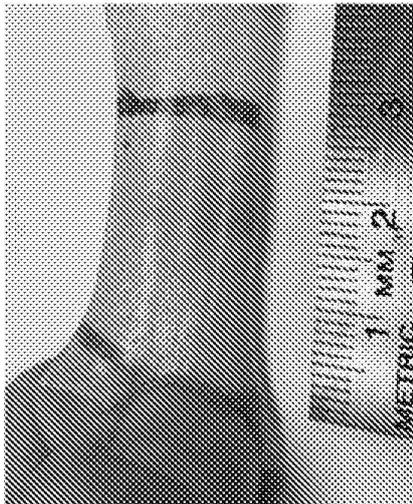
도면7c



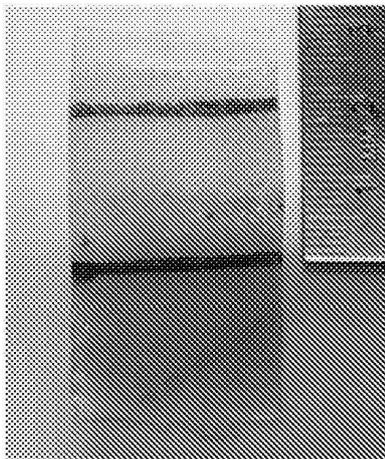
도면7d



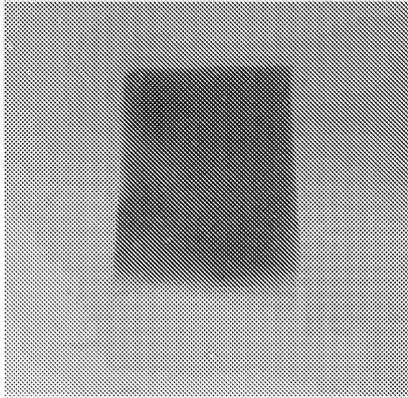
도면7e



도면7f



도면7g



도면7h

