(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년10월11일
(11) 등록번호 10-2713936
(24) 등록일자 2024년09월30일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08K 9/10 (2006.01) *C08J 7/04* (2020.01)
C08K 3/34 (2006.01) *C08K 5/00* (2006.01)
C08L 23/08 (2006.01) *C08L 5/04* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08K 9/10 (2013.01)
C08J 7/0427 (2022.01)
(21) 출원번호 10-2023-7002736
(22) 출원일자(국제) 2021년07월29일
심사청구일자 2024년05월23일
(85) 번역문제출일자 2023년01월25일
(65) 공개번호 10-2023-0044409
(43) 공개일자 2023년04월04일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2021/071347
(87) 국제공개번호 WO 2022/023503
국제공개일자 2022년02월03일
(30) 우선권주장
102020000018589 2020년07월30일 이탈리아(IT)
(56) 선행기술조사문헌
GB2237574 A
WO2014170426 A1

(73) 특허권자
사에스 게터스 에스.페.아.
이탈리아 20045 밀라노 라이나떼 비알레 이딸리아 77
(72) 발명자
리바, 미리암
이탈리아 22074 로마초 씨오 비아 델 세프리오 25
바카, 파올로
이탈리아 20146 밀라노 엠아이 비아 에르지스토 베치 3
피데카, 카타르치나
이탈리아 22063 칸투 씨오 비아 베수비오 11
(74) 대리인
양영준, 김영

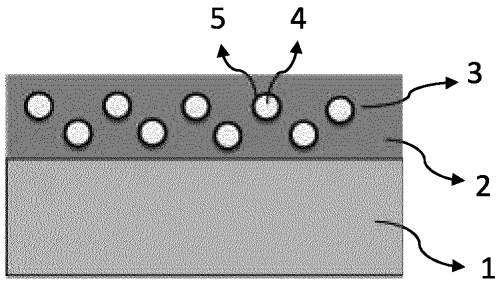
전체 청구항 수 : 총 10 항 심사관 : 강희만

(54) 발명의 명칭 **산화방지제 특성을 갖는 다층 가요성 패키지**

(57) 요 약

본 발명의 다층 가요성 패키지는 0.1 내지 10 μm에 포함되는 입자 크기 분포, 및 0.1 내지 0.5 V에 포함되는 환원 전위를 갖는 산화방지제의 코어(4) 및 코어(4)의 적어도 70%를 피복하는 중합체성 쉘(5)을 포함하는 코어-쉘 구조를 갖는 산화방지제 캡슐(3)의 분산물을 함유하는 중합체성 코팅(2)을 포함한다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C08K 3/34 (2013.01)
C08K 5/005 (2013.01)
C08L 23/0861 (2013.01)
C08L 5/04 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

산화방지제 입자의 분산물을 포함하는 적어도 하나의 중합체성 코팅을 포함하는 다층 가요성 패키지로서, 상기 산화방지제 입자가, 0.1 내지 10 μm에 포함되는 부피 평균 직경 및 하기를 포함하는 코어-쉘 구조를 갖는 캡슐에 함유된 것인 다층 가요성 패키지:

0.1 내지 0.5 V에 포함되는 환원 전위를 갖는 산화방지제의 코어; 및

상기 코어의 적어도 70%을 피복하는 중합체성 쉘.

청구항 2

제1항에 있어서, 산화방지제가 탄닌산, 프로필 갈레이트, 갈산, 카페인산, 아스코르브산 및 페룰산으로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 패키지.

청구항 3

제1항에 있어서, 중합체성 쉘이 탄수화물, 검, 지질, 단백질, 천연 중합체, 화석 유래 중합체 및 이들의 공중합체로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 패키지.

청구항 4

제1항에 있어서, 중합체성 코팅이 아크릴, 아크릴-스티렌 공중합체, 아크릴-비닐 공중합체 및 아크릴-알키드 공중합체, 우레탄-아크릴, 지방족-우레탄, 우레탄, 폴리에스테르, 바이오폴리에스테르, 에폭시, 실록산, 폴리실록산, 폴리우레탄, 페놀계 수지, 폴리에틸렌-co-(비닐 알콜) (EVOH), 폴리(비닐 알콜) (PVAL), 폴리(락트산-co-글리콜산) (PLGA), 폴리에틸렌 글리콜 (PEG), 폴리에틸렌 (PE), 폴리스티렌 (PS), 폴리(비닐 아세테이트) (PVAC), 수계 및 수희석성(water reducible) 라텍스로 이루어진 군으로부터 선택된 것인 패키지.

청구항 5

제1항에 있어서, 중합체성 코팅이 0.5 내지 100 μm에 포함되는 두께를 갖는 것인 패키지.

청구항 6

제1항에 있어서, 산화방지제 캡슐이 중합체성 코팅에 대하여 5 내지 50 중량%에 포함되는 양으로 첨가된 것인 패키지.

청구항 7

제1항에 있어서, 쉘의 중량과 전체 코어-쉘 시스템의 중량 간의 비가 0.25 내지 0.75에 포함되는 것인 패키지.

청구항 8

제1항에 있어서, 중합체성 코팅이 중합체성 코팅에 대하여 1 내지 30 중량%에 포함되는 양으로 충전제를 추가로 포함하는 것인 패키지.

청구항 9

제1항에 있어서, 중합체성 코팅이, 폴리프로필렌 (PP), 배향된 폴리프로필렌 (OPP), 이축-배향된 폴리프로필렌 (BOPP), 폴리에틸렌 (PE), 저 밀도 폴리에틸렌 (LDPE), 폴리아미드 (PA), 이축-배향된 폴리아미드 (BOPA), 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (PET), 이축-배향된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (BOPET), 폴리에틸렌 푸라노에이트 (PEF), 폴리부틸렌 아디페이트 테레프탈레이트 (PBAT), 폴리부틸렌 숙시네이트 (PBS), 폴리락트산 (PLA), 바이오-배향된 폴리락트산 (PLA), 마터-비(mater-bi), 폴리히드록시알카노에이트 (PHA), 전분 블렌드, 페이퍼, 적층된 페이퍼, 리그닌 셀룰로오스 블렌드 및 셀로판으로 이루어진 군으로부터 선택된 기재에 커플링된 것인

패키지.

청구항 10

제1항에 있어서, 중합체성 코팅이 폴리에틸렌 (PE), 기계-유도 배향된 폴리에텐 (MDO-PE), 저 밀도 폴리에틸렌 (LDPE), 아크릴, 아크릴-스티렌, 아크릴 공중합체, 실록산 및 폴리실록산으로 이루어진 군으로부터 선택된 중합체 층으로 피복된 것인 패키지.

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

청구항 16

삭제

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 코어-쉘 시스템 분산을 통해 수득된 산화방지제 특성을 특징으로 하는 다층 가요성 패키지에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 공기-민감성 재료의 패키징 및 보관의 분야에서, 달성해야 할 가장 중요한 목표 중 하나는 산화-관련 열화로 인한 재료 특성의 손실을 방지하는 것이다. 예를 들어, 산화 공정은 품질 및 안전, 특히 식품의 영양 및 감각적 품질에 영향을 미치는 부패하기 쉬운 상품 및 식품의 품질 저하의 주요 원인으로 간주된다.

[0003] 상기 문제에 대한 가능한 해결책 중 하나는 산화 반응 및 후속적인 자유 라디칼의 생성을 억제할 수 있는 산화방지제 종을 사용하는 것이다.

[0004] 이 분야에서, 상기 산화방지제를 활성 패키징에 통합하는 것은 산화-관련 열화 공정을 제어하기 위한 가장 유망한 대안 중 하나이다.

[0005] 널리 사용되는 접근법은 예를 들어 WO 2014/170426에 보고된 바와 같이 중합 공정 동안 산화방지제 종을 첨가하는 것으로 대표되며, 여기에는 산화방지제 분자, 구체적으로 카테킨을, 중합 반응 전 또는 조성물의 두 시약을 혼합한 후, 폴리우레탄 접착제의 성분 중 하나에 첨가하여 폴리우레탄 매트릭스에 통합하는 것이 기재되어 있다.

[0006] 또한 US 2006/0047069는 중합 공정 동안 중합체성 분산물에 산화방지제를 첨가하고 특정 pH 범위를 설정하는 유사한 전략을 적용한다.

[0007] 또 다른 가능한 접근법은 WO 2017/049364에 보고되어 있으며, 이는 중합체성 재료 및 천연 산화방지제를 포함하는 식품 패키징 재료를 개시한다. 패키징 재료를 수득하기 위해 기재된 방법은 천연 산화방지제를 고체, 액체, 오일, 분말로서 또는 에멀젼으로서 중합체성 재료에 첨가하고, 이어서 식품 패키징 재료를 형성하기 위해 압출

(캐스트 필름 압출 및 블로우 필름 압출을 포함함), 몰딩 또는 적층하는 공정을 포함한다.

[0008] 중합체성 재료에 산화방지제를 첨가하기 위한 또 다른 접근법이 GB 2237574에 개시되어 있으며, 이는 산화방지제 및 수성 알긴산나트륨의 에멀젼을 2가 또는 다가금속염의 수용액을 함유하는 가교-결합 배스에 분무함으로써 캡슐을 제조하는 것을 교시한다. 에멀젼과 금속 사이의 순간적인 반응은 알지네이트가 가교-결합하여 그의 간극에 산화방지제를 함유하는 "스폰지"-유사 매트릭스를 형성하도록 한다. 명세서에서, 매트릭스 입자는 캡슐로 지칭되고 공정은 캡슐화로 지칭되지만, 이 용어는 뚜렷한 경계벽을 갖는 "풍선"-형 캡슐을 포함하는 것으로 해석되어서는 안되며; 오히려, GB 2237574에 기재된 캡슐은 불규칙한 표면을 갖고 다수의 기공을 갖는 "스펀지"와 유사하다.

[0009] 그러나, 기재된 방법은 패키징 시스템에서의 최종 사용에 있어서 몇 가지 중대한 점, 예컨대 도달할 수 있는 층의 최종 두께가 본질적으로 100 내지 200 μm 이상이라는 것을 제시하며, 이는 결과적으로 최종 용액의 가능한 적용분야를 감소시킨다. 추가적인 제한은 패키지의 층에 산화방지제 종의 배치로 대표되며, 용기의 외부 부분으로부터의 그의 거리로 인해 결과적으로 산화방지제 활성이 감소한다. 더욱이, 카테킨과 같은 일부 특정 분자의 통합 및 그들의 분포는 이용되는 중합체의 특징과의 화학적 상용성과 엄격하게 관련이 있다.

[0010] 추가의 문제점은 예를 들어 압출 공정 동안 산화방지제 분자의 부패를 초래할 수 있는 높은 온도의 적용과 관련이 있다. 실제로, 이 분야에서 산화방지제의 사용은 그 자체의 특성에 의해, 구체적으로 산소, 빛, 고온, pH 및 보관 시간에 대한 노출 하에서의 이들의 불안정성에 의해 제한된다는 것에 주목하는 것이 중요하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명의 목적은 상기-언급한 문제점을 극복한 다층 가요성 패키지를 제조하는 것이다. 이러한 목적은 0.1 내지 10 μm에 포함되는 입자 분포, 및 0.1 내지 0.5 V에 포함되는 환원 전위를 갖는 산화방지제의 코어 및 적어도 70%의 코어를 피복하는 중합체성 쉘을 포함하는 코어-쉘 구조를 갖는 산화방지제 캡슐의 분산물을 함유하는 적어도 하나의 중합체성 코팅을 포함하는 다층 가요성 패키지에 의해 달성된다.

도면의 간단한 설명

[0012] 본 발명에 따른 패키지의 구조 및 특징은 첨부된 도면을 참조하여, 일부 실시양태에 대한 아래의 상세한 설명으로부터 관련 기술 분야의 통상의 기술자에게 명확해질 것이다:

도 1은 본 발명의 제1 실시양태의 경우 사용되는 필름의 도식적인 단면도이고;

도 2는 본 발명의 제2 실시양태의 경우 사용되는 필름의 도 1과 유사한 도면이며;

도 3a는 본 발명에 따른 캡슐의 실시양태에 의해 제공되는 산화의 지연을 본 발명을 벗어난 다른 3개의 용액과 비교하는 그래프이고; 그리고

도 3b는 본 발명의 한 실시양태에 의해 제공되는 산화의 지연을 본 발명을 벗어난 다른 2개의 용액과 비교하는 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 본 발명의 목적상, 상기 입자 분포 범위는 레이저 회절 기술로 측정했을 때, 분산된 캡슐의 90%가 청구된 범위에 포함되는 평균 부피 직경을 갖는 것을 의미한다. 레이저 회절 이론 및 실제에 대한 정의 및 고려 사항은 표준 ISO 13320:2020에서 파생된다. 산화방지제 종의 환원 전위는 자유 라디칼에 수소를 공여하는 화합물의 용이성과 관련이 있는 것으로 밝혀졌으며, 환원 전위가 낮을수록 산화방지제의 수소-공여 능력이 커질 것이다. 따라서, 0.1 내지 0.5 V에 포함되는 환원 전위를 갖는 산화방지제 종이 패키지에 함유된 공기-민감성 재료의 열화를 방지하는 산화방지 효과를 수행하는 데 가장 효과적인 것으로 입증되었다.

[0014] 특히, 개시된 본 발명에서 이용되는 산화방지제 종은 탄닌산, 프로필 갈레이트, 갈산, 카페인산, 아스코르브산 및 페룰산으로 이루어진 군으로부터 선택된다.

[0015] 입자 크기는 산화방지제 재료의 환원 전위를 감소시키는 핵심 매개 변수인 것으로 밝혀졌으며, 입자 크기를 100 μm에서 10 μm로 감소시키는 것은 상당한 효과를 갖는다. 또한, 입자 크기 및 형상은 패키징 구성에서 산화방지제 재료 통합을 가능하게 하는 핵심 특징이다. 특히, 식품, 화장품, 기능식품 및 제약 제품용 패키징 시스템

은 전형적으로 0.5 내지 100 μm 범위의 두께를 갖는 층으로 이루어지고, 여기서 기능적인 충전제, 예를 들어 산화방지제 입자의 미세한 분포는 0.1 내지 10 μm에 포함되는 크기 및 구 형상을 갖는 입자로부터 확보될 수 있다.

[0016] 본 발명에 따른 0.1 내지 10 μm 크기의 산화방지제 입자의 제조는 분말의 제조에 전형적으로 사용되는 기계적 공정을 통해 이루어지는 것이 아니라 (결과적으로 입자 크기가 100 μm 미만인 분말을 수득하는 것이 불가능함), 재료 가용화 및 습윤 또는 건조 공정에서의 후속 침전을 통한 중간 단계를 포함한다. 이러한 공정은 용매 증발, 졸-겔 공정, 마이크로에멀젼화, 레이어-바이-레이어(layer-by-layer) 흡착 기술, 매크로에멀젼화, 막-보조 에멀젼화, 막-보조 나노침전, 계내(in-situ) 중합, 코아세르베이션/상 분리, 계면 중합, 프릴링, 분무 건조, 동결 건조, 이온 겔화 또는 유동화 층 기술일 수 있다.

[0017] 캡슐 시스템은 산화방지제 코어를 피복하는 중합체성 쉘의 존재에 의해 완성되며, 중합체는 쉘의 중량과 전체 코어-쉘 시스템의 중량 간의 비가 0.25 내지 0.75에 포함되도록 하는 양으로 첨가된다. 이러한 방식으로, 각 캡슐(3)은 0.1 내지 0.5 V에 포함되는 환원 전위를 갖는 산화방지제의 코어(4), 코어(4)를 피복하는 중합체성 쉘(5)을 포함하는 코어-쉘 구조를 가진다.

[0018] 본 발명에 따른 제1 실시양태에서, 중합체성 쉘(5)은 탄수화물, 검, 지질, 단백질, 천연 중합체, 화석 유래 중합체 및 이들의 공중합체 중에서 선택될 수 있고, 바람직한 구성에서 천연 중합체는 알지네이트이고 화석 유래 중합체 및 이들의 공중합체는 폴리에틸렌-co-(비닐 알콜) (EVOH)이다.

[0019] 또한, 상기 중합체성 쉘(5)은 코어(4)의 적어도 70%를 피복하고 바람직한 실시양태에서 이는 코어(4)를 완전히 피복한다.

[0020] 대안적인 실시양태에서, 중합체성 쉘(5)은 글루타르알데히드, 디페닐포스포릴 아지드 (DPPA), 제니핀 또는 효소, 예컨대 트랜스글루타미나제, 티로시나제 및 락카제일 수 있다.

[0021] 이어서 상기-개시된 캡슐(3)은 중합체성 코팅(2)에 대하여 5 내지 50 중량%에 포함되는 양으로 중합체성 코팅(2)에 분산된다.

[0022] 상기 중합체성 코팅(2)은 0.5 내지 100 μm에 포함되는 두께를 특징으로 하고 아크릴, 아크릴-스티렌 공중합체, 아크릴-비닐 공중합체 및 아크릴-알키드 공중합체, 우레탄-아크릴, 지방족-우레탄, 우레탄, 폴리에스테르, 바이오폴리에스테르, 에폭시, 실록산 및 폴리실록산, 폴리우레탄, 폴리스티렌, 페놀계 수지, 폴리(에틸렌-co-비닐 알콜) (EVOH), 폴리(비닐 알콜) (PVAL), 폴리(락트산-co-글리콜산) (PLGA), 폴리에틸렌 글리콜 (PEG), 폴리에틸렌 (PE), 폴리스티렌 (PS) 및 이들의 공중합체, 폴리(비닐 아세테이트) (PVAC), 수계 및 수희석성(water reducible) 라텍스 중에서 선택될 수 있다.

[0023] 이러한 맥락에서, 본 발명에 개시된 바와 같이, 코어-쉘 기술 (캡슐) 기반 산화방지제 시스템의 사용은, 추가의 보호 요소 없이, 산화방지제 열화를 방지하고, 최종 구성에서의 활성 재료의 보호 및 통합을 개선하고 이들의 기능적 활성의 제어를 증가시키기에 충분하다.

[0024] 추가적으로, 산화방지제를 활성 패키지에 통합할 때 고려해야 할 추가의 관련 특징은 상기 재료를 유기 매트릭스에 분산시키는 것과 관련이 있다. 보다 구체적으로, 종래 기술에서 주로 보고된 분말 시스템과 달리, 코어-쉘 구조의 사용은 분산물의 제어 및 균질성을 증가시켜, 결과적으로 성능이 향상된다.

[0025] 따라서, 전체 시스템의 복잡성을 고려할 때, 본 발명의 코어-쉘 캡슐은 산화방지제 열화를 피하고 이와 동시에 상기 캡슐이 중합체성 매트릭스에 균질하고 규칙적으로 분포되도록 하는 상기 기재된 바와 같은 상이한 공정을 통해 제조될 수 있다.

[0026] 패키지의 일부 특정 특징을 향상시키기 위해, 충전제 재료가 중합체성 코팅(2)에 대해 1 내지 30 중량%에 포함되는 양으로 중합체성 코팅(2)에 추가로 첨가될 수 있다. 상기 충전제는 제올라이트, 히드로탈사이트, 지르코늄 포스페이트, 포르피린, 그래핀 및 다른 2-차원적 결정, 그래핀 옥시드, 금속 유기 구조체 (MOF), 셀룰로오스 및 에틸렌-비닐 알콜 공중합체의 캡슐 중에서 선택될 수 있다.

[0027] 예를 들어, 수분 차단 효과가 달성되어야 하는 경우, 충전제는 파우자사이트 (FAU), 모르데나이트 (MOR), ZSM-5 및 린데 타입(Linde Type) A 중에서 선택된 제올라이트일 수 있다. 추가적으로, 추가의 실시양태에서 본 출원인 명의의 WO 2020/012396에 개시된 캡슐에 대해 보고된 바와 같이, 24 내지 38 mol%에 포함되는 에틸렌 함량 (높은 에틸렌 함량)을 갖는 입자의 형태의 제1 에틸렌-비닐 알콜 공중합체 및 15 mol% 미만의 에틸렌 함량 (낮은 에틸렌 함량)을 갖는 제2 에틸렌-비닐 알콜 공중합체의 분산물을 첨가하여 산소 차단 효과를 갖는 것이 가능

하다.

[0028] 바람직한 실시양태에서 중합체성 코팅(2)은 패키지의 둘레를 따르는 연속적인 프레임으로서 또는 패키지의 전체 표면을 피복하는 연속적인 층으로서 적용된다.

[0029] 도 1에 나타낸 바와 같이, 코어-쉘 캡슐(3)을 포함하는 중합체성 코팅(2)은 예를 들어 폴리프로필렌 (PP), 배향된 폴리프로필렌 (OPP), 이축-배향된 폴리프로필렌 (BOPP), 폴리에틸렌 (PE) 및 저 밀도 폴리에틸렌 (LDPE), 폴리아미드 (PA) 및 이축-배향된 폴리아미드 (BOPA), 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (PET) 및 이축-배향된 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (BOPET), 폴리에틸렌 푸라노에이트 (PEF), 폴리부틸렌 아디페이트 테레프탈레이트 (PBAT), 폴리부틸렌 숙시네이트 (PBS), 폴리락트산 (PLA), 이축-배향된 폴리락트산 (PLA), 마터-비(mater-bi) (옥수수 전분 기반 생분해성 플라스틱), 폴리히드록시알카노에이트 (PHA), 전분 블렌드, 페이퍼 및 적층된 페이퍼, 리그닌 셀룰로오스 블렌드 및 셀로판과 같은 여러 종류의 기재(1)에 커플링되어 사용될 수 있다.

[0030] 또한, 상기 중합체성 코팅(2)는 도 2에 나타낸 바와 같이 폴리에틸렌 (PE), 기계-유도 배향된 폴리에텐 (MDO-PE), 저 밀도 폴리에틸렌 (LDPE), 아크릴, 아크릴-스티렌, 아크릴 공중합체, 실록산 및 폴리실록산 중에서 선택된 중합체 층(6)으로 피복될 수 있다.

[0031] 마지막으로, 상이한 공기-민감성 재료를 보존하는 것에 대한 광범위한 관심을 고려할 때, 본 명세서에 기재된 해결책은 식품, 화장품, 기능식품 또는 제약 제품용 패키징 시스템에서 쉽게 이용될 수 있다.

[0032] 실시예

[0033] 이하, 본 발명은 하기 실시예를 참고하여 보다 상세하게 설명될 것이다.

[0034] 본 발명에 따른 샘플 S1의 제조

[0035] 코어-쉘 캡슐(3)은 중합체성 쉘(5)의 전구체로서 키토산을 RT에서 200 rpm으로 교반 하에 유지한 HCl 0.1 M 용액에 대하여 1 중량%로 첨가하여 제조한다. 가용화 후, 산화방지제 재료로서 탄닌산을 키토산 용액에 대하여 2 중량%로 첨가하고, 동일한 조건에서 교반 하에 유지한다. 그의 가용화 후, 생성된 제형을 분무-건조하여 입자의 적어도 90%에 대해 크기 (직경)가 10 μm 미만인 단분산된 캡슐의 형태로 나타난 코어-쉘 캡슐(3)을 수득한다.

[0036] 비교 샘플 C1의 제조

[0037] 쉘이 없는 산화방지제 입자는 RT에서 200 rpm으로 교반 하에 유지된 수용액에 대하여 탄닌산을 4 중량%로 첨가하여 제조한다. 그의 가용화 후, 생성된 제형을 분무-건조하여 입자의 적어도 90%에 대해 크기 (직경)가 10 μm 미만인 단분산된 입자의 형태로 나타난 입자를 수득한다.

[0038] 하기 표 1은 샘플 제조 동안 채택된 분무-건조 매개 변수를 보고한다:

[0039]

샘플	$T_{유입구}$ (°C)	% 펌프	% 흡인
S1	150	30	90
C1	150	30	95

[0040] 표 1 - 채택된 분무-건조 매개 변수

[0041] 비교 샘플 C2의 설명

[0042] 시그마 알드리치(Sigma Aldrich)로부터 구매한 탄닌산을 입자로의 변형 공정에 투입하지 않고 비교 샘플로서 선택한다. 샘플 C2는 입자의 적어도 90%에 대해 크기 (직경)가 100 μm 미만인 분말의 형태로 나타난다.

[0043] 코팅 제조

[0044] 본 발명에 따라, 상기-개시된 샘플 S1, C1 및 C2를 이어서, 낮은-두께 코팅을 수득하기 위해 상이한 2개의 중합체 매트릭스에 분산시킨다.

[0045] A) 샘플 S1, C1 및 C2를 광개시제로서 1% 히드록시케톤-기반 시스템을 사용하여, 중합체성 코팅에 대하여 10 중량%의 양으로 폴리에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트 용매-무함유 중합체성 수지에 분산시킨다. 낮은 두께 값을 특징으로 하는 중합체성 코팅의 제조를 위해, 수득된 분산물을 4 μm의 공칭 두께를 갖는 나선형 막대를 채택하

여 PET 상에 블레이딩하고, 수득된 코팅을 UV 경화 공정 (15초, 100 mW/cm^2)으로 처리한다. 샘플 S1은 그의 크기로 인해 샘플 C2보다 중합체성 층으로의 캡슐의 분포가 더 규칙적이고 균질한 것을 특징으로 하고, 이로 인해 낮은 두께 중합체성 층으로의 산화방지제 재료의 규칙적인 분산을 보장하는 것은 불가능하다. 샘플 S1을 C1과 비교하면, 중합체성 쉘의 존재는 중합체성 결합제에 대한 산화방지제 반응성을 보존하여, 그의 균질한 분산물 및 기능성을 확보한다.

[0046] B) 샘플 S1, C1 및 C2를 중합체성 코팅에 대해 10 중량%의 양으로 폴리실록산 용매-무함유 중합체성 수지에 분산시킨다. 낮은 두께 값을 특징으로 하는 중합체성 코팅의 제조를 위해, 수득된 분산물을 4 ㎛의 공칭 두께를 갖는 나선형 막대를 채택하여 PET 상에 블레이딩하고, 수득된 코팅을 80℃에서 45분 동안 열 경화 공정으로 처리한다. 샘플 S1은 그의 크기로 인해 샘플 C2보다 중합체성 층으로의 캡슐의 분포가 더 규칙적이고 균질한 것을 특징으로 하고, 이로 인해 낮은 두께 중합체성 층으로의 산화방지제 재료의 규칙적인 분산을 보장하는 것은 불가능하다. 샘플 S1을 C1과 비교하면, 중합체성 쉘의 존재는 다음 단락에서 설명하는 바와 같이 반응성 종에 대한 산화방지제 반응성을 보존한다.

[0047] 마이크로열량 측정 기술에 의한 입자 기능성:

[0048] 샘플 S1, C1 및 C2의 산화방지 능력은 표준 참조로서 아마인유 (LO) 단독, 및 샘플 S1, C1 및 C2와 혼합된 LO를 비교하여 산화 반응의 억제를 모니터링하기 위해 마이크로열량 측정 기술로 테스트한다. 등온 모드에서, 온도 조절기 내 오일은 30℃의 온도로 유지하였으며 발생된 열은 시간 경과에 따라 연속적으로 측정하였다.

[0049] 도 3a의 그래프는 샘플 S1, C1 및 C2의 활성으로 인한 표준 아마인유 (LO)의 산화의 관점에서의 지연의 비교를 나타낸다. 명백한 바와 같이, 샘플 S1은 샘플 C1의 입자 및 샘플 C2의 분말에 비해 아마인유의 산화의 관점에서 훨씬 더 긴 보존 시간을 보장한다. 특히, 크기 (직경)가 100 ㎛ 미만인 분말의 형태인 샘플 C2의 경우, 테스트 조건에서 관련된 산화방지 능력이 관찰되지 않았다.

[0050] 마이크로열량 측정 기술에 의한 코팅 기능성:

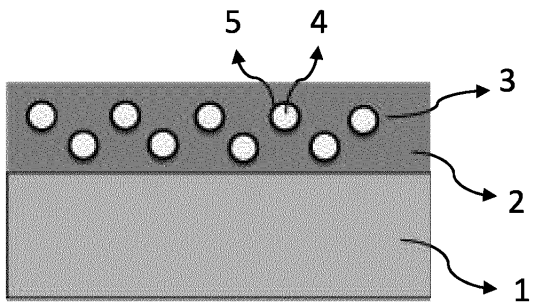
[0051] 샘플 S1 및 C1을 포함하는 코팅의 산화방지 능력은 표준 참조로서 아마인유 (LO) 단독, 및 샘플 S1 및 C1을 포함하는 코팅과 혼합된 LO를 비교하여 산화 반응의 억제를 모니터링하기 위해 마이크로열량 측정 기술로 테스트한다. 등온 모드에서, 온도 조절기 내 오일은 30℃의 온도로 유지하였으며 발생된 열은 시간 경과에 따라 연속적으로 측정하였다.

[0052] 도 3b의 그래프는 샘플 S1 및 C1의 활성으로 인한 표준 아마인유 (LO)의 산화의 관점에서의 지연의 비교를 나타낸다. 각각의 코팅은 절차 A에 따라, 즉 상기 샘플을 폴리에틸렌 글리콜 디메타크릴레이트 용매-무함유 중합체성 수지에 분산시킴으로써 제조한다.

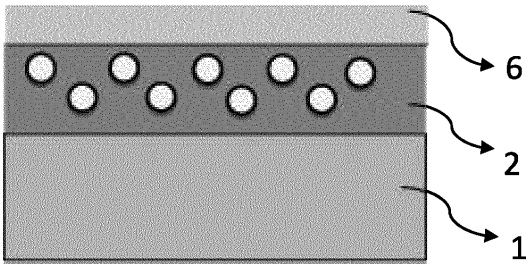
[0053] 따라서, 샘플 S1을 포함하는 코팅은 아마인유의 산화의 관점에서 20시간 이상의 보존을 보장하는 반면, 샘플 C1을 포함하는 코팅의 사용은, 보호 쉘의 부재로 인해, 산화방지제 입자가 즉시 반응하여 결과적으로 보존 시간이 단축됨이 명백하다.

도면

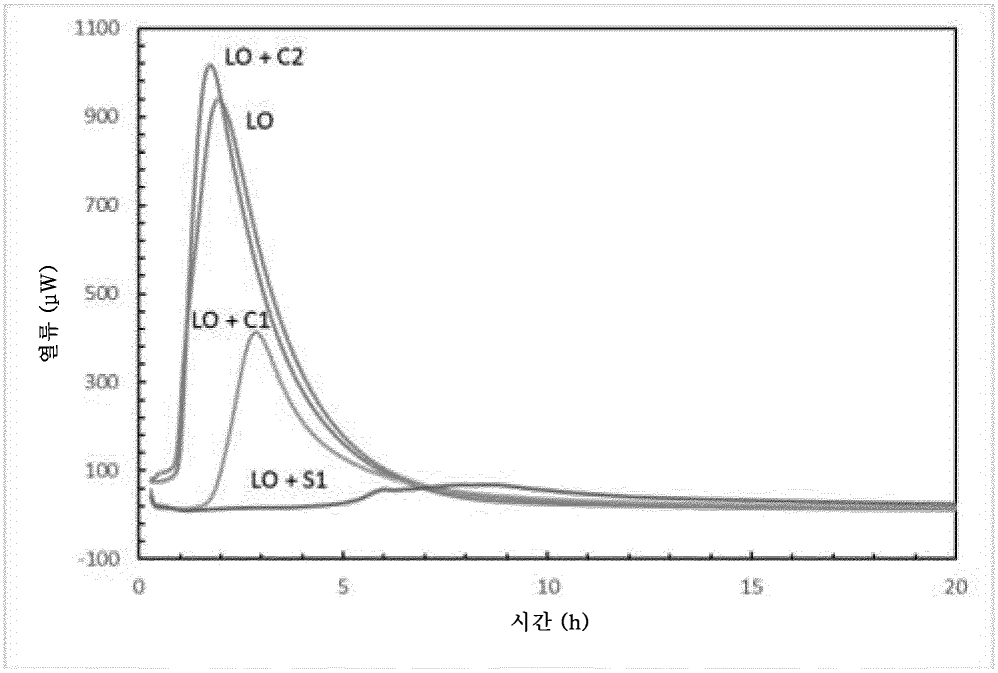
도면1



도면2



도면3a



도면3b

