

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7690455号
(P7690455)

(45)発行日 令和7年6月10日(2025.6.10)

(24)登録日 令和7年6月2日(2025.6.2)

(51)国際特許分類		F I		
C 0 8 L	1/02 (2006.01)	C 0 8 L	1/02	
B 0 5 D	7/00 (2006.01)	B 0 5 D	7/00	B
C 0 8 B	3/10 (2006.01)	B 0 5 D	7/00	F
C 0 8 B	37/14 (2006.01)	B 0 5 D	7/00	K
C 0 9 D	101/08 (2006.01)	C 0 8 B	3/10	
請求項の数 20 (全37頁) 最終頁に続く				
(21)出願番号	特願2022-506168(P2022-506168)	(73)特許権者	521105950	
(86)(22)出願日	令和2年7月29日(2020.7.29)		グリーンテック・グローバル・プライベ	
(65)公表番号	特表2022-544070(P2022-544070 A)		ート・リミテッド	
			GREENTECH GLOBAL PT	
(43)公表日	令和4年10月17日(2022.10.17)		E, LTD.	
(86)国際出願番号	PCT/IB2020/057167		シンガポール共和国, シンガポール 0	
(87)国際公開番号	WO2021/019468		4 8 6 1 6, ラッフルズ・プレイス 9	
(87)国際公開日	令和3年2月4日(2021.2.4)		, リバブリック・プラザ 1, # 0 6 -	
審査請求日	令和5年7月27日(2023.7.27)		0 0	
(31)優先権主張番号	62/881,305	(74)代理人	100099623	
(32)優先日	令和1年7月31日(2019.7.31)		弁理士 奥山 尚一	
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)	(74)代理人	100125380	
			弁理士 中村 綾子	
		(74)代理人	100142996	
			弁理士 森本 聡二	
				最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ヘミセルロース含有コーティング

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

S F A E -ヘミセルロース結合セルロース系材料を含む組成物であって、前記 S F A E (糖脂肪酸エステル)は、前記セルロース系材料の表面に0.1 g / m² ~ 20.0 g / m² のコーティング重量で存在し、前記 S F A E およびヘミセルロースによって、前記結合セルロース系材料が酸素に対して低い透過性を示す、組成物。

【請求項2】

糖脂肪酸エステルが、少なくとも1つの糖類および8 ~ 30個の炭素を含む少なくとも1つの脂肪族基を含有し、前記結合セルロース系材料が、前記組成物を含まない点を除き同様の材料と比較して、疎水性である、請求項1に記載の組成物。

【請求項3】

前記 S F A E -ヘミセルロース組成物が、前記セルロース系材料に剥離可能または剥離不可能に結合されている、請求項1に記載の組成物。

【請求項4】

前記 S F A E によって、前記結合ヘミセルロース系材料が90°以上の水接触角を示し、前記水接触角が、任意選択的な第2の疎水性物質の非存在下でもたらされる、請求項1に記載の組成物。

【請求項5】

1 ~ 99%の乾燥重量%のヘミセルロース含有量を含む、請求項1に記載の組成物。

【請求項6】

S F A Eーリグニン結合セルロース系材料を含む組成物であって、前記S F A E（糖脂肪酸エステル）は、前記セルロース系材料の表面に $0.1\text{ g/m}^2 \sim 20.0\text{ g/m}^2$ のコーティング重量で存在し、前記S F A Eおよびリグニンによって、前記結合セルロース系材料が耐水性を示す、組成物。

【請求項 7】

糖脂肪酸エステルが、少なくとも1つの糖類および8～30個の炭素を含む少なくとも1つの脂肪族基を含有する、請求項6に記載の組成物。

【請求項 8】

S F A Eーリグニン組成物が、前記セルロース系材料に剥離可能にまたは剥離不可能に結合されている、請求項6に記載の組成物。

10

【請求項 9】

前記S F A Eによって、前記結合リグニン系材料が 90° 以上の水接触角を示し、前記水接触角が、任意選択的な第2の疎水性物質の非存在下でもたらされる、請求項6に記載の組成物。

【請求項 10】

前記セルロース系材料が、紙、紙シート、板紙、製紙用パルプ、食品貯蔵用カートン、羊皮紙、ケーキ用板紙、包肉用紙、剥離紙／ライナー、食品貯蔵用袋、買い物袋、輸送用袋、ベーコン用板紙、絶縁材料、ティーバッグ、コーヒーまたはティー用容器、堆肥バッグ、食器、ホットまたはコールド飲料用容器、カップ、蓋、プレート、炭酸入り液体貯蔵用ビン、ギフトカード、炭酸の入っていない液体貯蔵用ビン、食品用ラップフィルム、生ごみ処理用容器、食品取扱い用具、ファブリック繊維（例えば、綿または綿ブレンド）、水の貯蔵および運搬用具、アルコールまたは非アルコール性飲料用容器、電子製品用の外部ケーシングまたはスクリーン、家具の内部または外部構成品、カーテン、ならびに室内装飾用品からなる群から選択される、請求項1または6に記載の組成物。

20

【請求項 11】

成型カップ蓋を生成する方法であって、

a. S F A E（糖脂肪酸エステル）およびヘミセルロースを含有する組成物を折畳み式紙シートに塗布するステップと、

b. 前記折畳み式シートを、前記組成物が前記シートに付着するのに十分な時間乾燥させるステップと、

30

c. 前記シートをカップ蓋の金型の中に置き、前記シートを完全に乾燥させるステップと、

d. 任意選択的に、前記蓋を十分に成形する追加の時間、前記蓋を加熱するステップとを含み、

前記S F A Eおよびヘミセルロースによって、結合セルロース系材料が酸素に対して低い透過性を示す、方法。

【請求項 12】

前記折畳み式紙が、マイクロエンボス加工されている、請求項11に記載の方法。

【請求項 13】

糖脂肪酸エステルが、少なくとも1つの糖類および8～30個の炭素を含む少なくとも1つの脂肪族基を含有し、前記結合セルロース系材料が、前記組成物を含まない点を除き同様の材料と比較して、前記結合セルロース系材料を疎水性である、請求項11に記載の方法。

40

【請求項 14】

前記S F A Eは、 $0.1\text{ g/m}^2 \sim 20.0\text{ g/m}^2$ のコーティング重量で存在する、請求項11に記載の方法。

【請求項 15】

請求項11に記載の方法によって生成される成型カップ蓋を含む、製造品。

【請求項 16】

成型カップ蓋を生成する方法であって、

50

a. S F A E（糖脂肪酸エステル）およびリグニンを含有する組成物を折畳み式紙シートに塗布するステップと、

b. 前記折畳み式シートを前記組成物が前記シートに付着するのに十分な時間乾燥させるステップと、

c. 前記シートをカップ蓋の金型の中に置き、前記シートを完全に乾燥させるステップと、

d. 任意選択的に、前記蓋を十分に成形する追加の時間、前記蓋を加熱するステップとを含み、

前記 S F A E およびリグニンによって、結合セルロース系材料が耐水性を示す、方法。

【請求項 17】

前記折畳み式紙が、マイクロエンボス加工されている、請求項 16 に記載の方法。

【請求項 18】

前記 S F A E は、 $0.1 \text{ g/m}^2 \sim 20.0 \text{ g/m}^2$ のコーティング重量で存在する、請求項 16 に記載の方法。

【請求項 19】

請求項 16 に記載の方法によって生成される成型カップ蓋を含む、製造品。

【請求項 20】

前記 S F A E が、飽和または不飽和である、請求項 19 に記載の製造品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

【本発明の背景】

本発明は、主にヘミセルロースを処理することに関し、より具体的には、ヘミセルロースに結合するバイオベースのエステルを使用して高い相対湿度に対する耐性を克服するヘミセルロース系コーティングを生成する方法であって、このようなエステルおよび方法は、紙、板紙、および包装製品用のコーティングの開発のためにヘミセルロースを改質するのに有用である方法に関する。

【背景技術】

【0002】

多くの食品パッケージングの用途において、酸素の進入による芳香化合物、脂肪化合物、およびビタミンの酸化は、製品の質および／または風味を低下させることから、酸素から食品を保護することは重要である。これは、酸素に対する透過性が低いバリア材料を用いることにより行うことができる。この材料はまた、柔軟で、機械的な耐性があり、透明で、低コストであるものが望ましい。また、香気バリアおよびグリースバリアなどの他のバリアの性質についても非常に重要なものとなり得る。

【0003】

ヘミセルロースは、大多数の植物で生合成されている多糖であり、セルロースの微細線維間に存在するマトリックス材料として、およびリグニンとセルロースとの間の結合として作用する。ヘミセルロースは、食品中の甘味料、増粘剤、乳化剤として商業的に使用されている。今のところ、ヘミセルロースの非食品への利用は非常に限定的なものである。

【0004】

ヘミセルロースは、液体／湿気および酸素の透過性と相互作用し、香気およびグリースは、高い相対湿度で増加する。材料の水溶性は、コーティング方法において利点となるものの、多くのパッケージングの用途においては欠点となり得る。

【0005】

このような問題は、通常、ある種の疎水性の有機材料／フルオロカーボン、シリコンでヘミセルロースをコーティングすることによって産業では対処されているが、これは、含有物の水／脂質からその下にあるヘミセルロースを物理的に遮断し、繊維間隙での吸上げ、グリースの皺への流入、または結合している材料の剥離の防止を含む。例えば、PVC／PEI／PE等の材料は、このような目的で決まって使用され、処理される表面に物

10

20

30

40

50

理的に結合させる（すなわち、噴霧コーティングまたは押出される。）。

【0006】

そこから作製される製品の生分解性および／またはリサイクル性を犠牲にせずにヘミセルロースとともに使用でき、疎水性／疎油性であり、堆肥化可能である「グリーンな（green）」バイオベースのコーティングを設計することが望まれている。

【発明の概要】

【0007】

本開示は、セルロース系材料をヘミセルロース含有コーティングで処理する方法に関し、セルロース系成分の生分解性／リサイクル性を維持しながら、セルロース含有材料を疎水性および／または疎油性の増加を提供する組成物で処理することを含む。開示される方法は、糖脂肪酸エステル（SFAE）をヘミセルロースと組合せることを提供し、前記コーティングをセルロース系材料と結合するための有機担体、塩基、または個々の触媒の使用を必要としない。結合する反応は、セルロースまたは予備形成された材料に適用できる。

【0008】

一実施形態にて、SFAE－ヘミセルロース結合セルロース系材料を含む組成物が開示され、SFAEおよびヘミセルロースは、結合セルロース系材料が酸素に対して低い透過性を示すのに十分な濃度で存在する。関連した態様にて、糖脂肪酸エステルは、少なくとも1つの糖類および8～30個の炭素を含む少なくとも1つの脂肪族基を含有し、コーティングは、コーティングされていない点を除き同様の材料と比較して、結合セルロース系材料を疎水性にするのに十分な濃度で存在する。別の態様にて、SFAE－ヘミセルロースコーティングは、セルロース系材料に剥離可能に、または剥離不可能に結合されている。

【0009】

更なる態様にて、SFAEは、結合ヘミセルロース系材料が90°以上の水接触角を示すのに十分な濃度で存在しており、水接触角は、任意選択的に、第2の疎水性物質の非存在下でもたらされる。関連した態様にて、コーティングは、1～99%の乾燥重量%のヘミセルロース含有量を含む。

【0010】

一実施形態にて、SFAE－リグニン結合セルロース系材料を含む組成物が開示され、SFAEおよびリグニンは、結合セルロース系材料が耐水性を示すのに十分な濃度で存在する。

【0011】

関連した態様にて、セルロース系材料を含有する組成物として、紙、紙シート、板紙、製紙用パルプ、食品貯蔵用カートン、羊皮紙、ケーキ用板紙、包肉用紙、剥離紙／ライナー、食品貯蔵用袋、買い物袋、輸送用袋、ベーコン用板紙、絶縁材料、ティーバッグ、コーヒーまたはティー用容器、堆肥バッグ、食器、ホットまたはコールド飲料用容器、カップ、蓋、プレート、炭酸入り液体貯蔵用ビン、ギフトカード、炭酸の入っていない液体貯蔵用ビン、食品用ラップフィルム、生ごみ処理用容器、食品取扱い用具、ファブリック繊維（例えば、綿または綿ブレンド）、水の貯蔵および運搬用具、アルコールまたは非アルコール性飲料用容器、電子製品用の外部ケーシングまたはスクリーン、家具の内部または外部構成品、カーテン、ならびに室内装飾用品が挙げられる。

【0012】

一実施形態にて、成型カップ蓋を生成する方法であって、SFAEおよびヘミセルロースを含有する組成物を折畳み式紙シートに塗布するステップと、前記折畳み式シートを組成物がシートに付着するのに十分な時間乾燥させるステップと、シートをカップ蓋の金型の中に置くステップと、シートを完全に乾燥させるステップと、任意選択的に、蓋を十分に成形する追加の時間、蓋を加熱するステップとを含む方法が開示される。

【0013】

一態様にて、折畳み式紙はマイクロエンボス加工されている。別の態様にて、糖脂肪酸エステルは、少なくとも1つの糖類および8～30個の炭素を含む少なくとも1つの脂肪族基を含有し、組成物は、組成物を含まない点を除き同様の材料と比較して、結合セルロ

ース系材料を疎水性にするのに十分な濃度で存在する。

【0014】

関連した態様にて、SFAEおよびヘミセルロースは、結合セルロース系材料が酸素に対して低い透過性を示すのに十分な濃度で存在する。更に関連した態様にて、このような方法によって生成された成型カップ蓋を含む製造品が開示される。

【0015】

一実施形態にて、成型カップ蓋を生成する方法であって、SFAEおよびリグニンを含有する組成物を折畳み式紙シートに塗布するステップと、前記折畳み式シートを組成物がシートに付着するのに十分な時間乾燥させるステップと、シートをカップ蓋の金型の中に置くステップと、シートを完全に乾燥させるステップと、任意選択的に、蓋を十分に成形する追加の時間、蓋を加熱するステップとを含む方法が開示される。一態様にて、折畳み式紙はマイクロエンボス加工される。

10

【0016】

関連した態様にて、上記のような方法によって生成された成型カップ蓋を含む製造品が開示される。更に関連した態様にて、SFAEは飽和または不飽和である。

【図面の簡単な説明】

【0017】

【図1】未処理の中空隙率Whatman濾紙の走査電子顕微鏡写真(SEM)(倍率58倍)を示す図である。

【図2】未処理の中空隙率Whatman濾紙のSEM(倍率1070倍)を示す図である。

20

【図3】リサイクルパルプから作製された紙をマイクロフィブリル化セルロース(MFC)でコーティングする前(左側)およびコーティングした後(右側)のSEM(倍率27倍)を突き合わせて比較した図である。

【図4】リサイクルパルプから作製された紙をMFCでコーティングする前(左側)およびコーティングした後(右側)のSEM(倍率98倍)を突き合わせて比較した図である。

【図5】ポリビニルアルコール(PvOH)、◇;SEFOSE(登録商標)+PvOH、1:1(v/v)、□;Ethylex(デンプン)、△;SEFOSE(登録商標)+PvOH、3:1(v/v)、×という様々なコーティング配合物で処理した紙における水の浸透について示す図である。

30

【発明を実施するための形態】

【0018】

本組成物、方法、および方法論を記載する前に、本発明は、記載された特定の組成物、方法および実験条件が変わり得るため、そのような組成物、方法、および条件に限定されないものでことが理解されるべきである。本発明の範囲は、添付の特許請求の範囲にのみ限定されるものであり、本明細書で使用される用語論は、特定の実施形態を記載する目的に過ぎず、限定することを意図したものではないことも理解されるべきである。

【0019】

本明細書および添付の特許請求の範囲において、単数形「a」、「an」、および「the」は、文脈上からそうでないことがはっきりしていない限り、複数の指示の指示内容を含む。例えば「糖脂肪酸エステル」への言及には、本開示等を読むと当業者に明らかになる本明細書に記載のタイプの1種または複数の糖脂肪酸エステルおよび/または組成物が含まれる。

40

【0020】

別段の定義がない限り、本明細書で用いられる全ての科学技術用語は、当技術分野の当業者が通常理解しているのと同様の意味を有する。修正および変形形態が、本開示の趣旨および範囲内に包含されることが理解されるように、本明細書に記載のものと同様または同等な方法および材料のいずれも、本発明の実施または試験において使用できる。

【0021】

本明細書にて、「約」、「およそ」、「実質的に」、および「大幅に」は、当業者であ

50

れば理解し、それらが用いられている文脈に応じてある程度変わる。用語が用いられている文脈を考慮して、当業者に明瞭でない用語の使用がある場合、「約」および「およそ」は、特定の用語のプラスまたはマイナス $<10\%$ を意味し、「実質的に」および「大幅に」は、特定の用語のプラスまたはマイナス $>10\%$ を意味する。「～を含む」および「～から本質的になる」は、当技術分野においてそれらの慣例の意味を有する。

【0022】

一実施形態にて、本開示は、セルロースを、糖脂肪酸エステルヘミセルロースの組合せで処理することにより、得られる材料が、とりわけ、高い相対湿度に対して耐性となることを示す。このような糖脂肪酸エステルは、例えば、細菌酵素によって一度除去されれば、そのようなものとして容易に消化される。誘導体化された表面は、非常に高い耐熱性を発揮して、 250°C もの温度に耐えることができ、下層のベース基材より、気体に対してより不透過性でありうる。したがって、材料は、セルロース含有材料が利用できるあらゆる実施形態にて、セルロースを誘導体化するという問題に対する理想的な解決法である。

【0023】

本明細書に記載の製品および方法の利点には、コーティング組成物が、再生可能な農業資源—糖および植物油から作製され；生分解性であり；低毒性プロファイルを有し、食品接触に適しており；紙／板紙表面の摩擦係数を高耐水性レベルでさえ低減する（すなわち、紙を、下流処理または最終用途にとってすべり過ぎるものにしない）ように調節されえて；特殊な乳化設備または乳化剤とともに使用しても、使用しなくてもよく；伝統的な紙再生プログラムと適合性があり、すなわち、例えばポリエチレン、ポリ乳酸、またはワックスコート紙のように再生操作に悪影響を及ぼすことはないことが含まれる。

【0024】

本明細書にて、「バイオベースの」は、生きている（またはかつては生きていた）有機体に由来する物質から意図的に作製された材料を意味する。関連した態様にて、少なくとも約 50% のそのような物質を含有する材料は、バイオベースとみなされる。

【0025】

本明細書にて、「結合する (bind)」は、その文法上の変形を含めて、本質的に単一の塊として密着するまたは密着させることを意味する。

【0026】

本明細書にて、「セルロース系」は、物体（例えば、袋、シート）またはフィルムもしくはフィラメントに成型または押出することができ、そのような物体またはフィルムもしくはフィラメントを作製するのに使用できる天然、合成または半合成材料を意味し、セルロースに構造的および機能的に似て、例えばコーティングおよび接着剤（例えば、カルボキシメチルセルロース）である。別の例では、大部分の植物における細胞壁の主成分を成す、グルコース単位から構成される複合糖質 ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$)_nであるセルロースは、セルロース系である。

【0027】

本明細書にて、「コーティング重量」は、基材に塗布される材料（湿式または乾式）の重量である。それは、指定された連当たりのポンド数または1平方メートル当たりのグラム数で表す。

【0028】

本明細書にて、「堆肥化可能な」は、固体製品が土壌中に生分解可能であることを意味する。

【0029】

本明細書にて、「エッジウィッキング」は、紙構造において、繊維間における細孔の毛管浸透、繊維および結合を通じた拡散、ならびに繊維の表面拡散に限定されないがこれらを含む1つまたは複数の機構による、前記構造の外側限界点での水の吸収を意味する。関連した態様にて、本明細書に記載の糖脂肪酸エステルを含有するコーティングにより、処理された製品におけるエッジウィッキングが防止される。一態様にて、紙または紙製品中に存在することがある折り目にグリース／油が入り込む同様の問題が存在する。前記紙構

10

20

30

40

50

造を折り畳み、プレスし、または押しつぶすことによって生み出される「グリースクリーシング効果 (grease creasing effect)」は、紙構造におけるグリースの吸収と定義できる。

【0030】

本明細書にて、「効果」は、その文法上の変形を含めて、具体的な特性を特定の材料に付与することを意味する。

【0031】

本明細書にて、「ヘミセルロース」は、その文法上の変形を含めて、ほとんど全ての陸生植物細胞壁内のセルロースとともに存在するアラビノキシラン等のヘテロポリマー（すなわちマトリックス多糖）を意味する。セルロースは結晶性で、強く、加水分解に耐性があるが、ヘミセルロースは、ランダムで非晶質構造を有する。一実施形態にて、本明細書に記載のコーティングは、1～99%、好ましくは30～90%、最も好ましくは60～90%の乾燥重量%のヘミセルロース含有量を有し、0～30%、好ましくは0～20%、より好ましくは0～15%、特に0～10%、最も好ましくは0～5%の乾燥重量%の含有量で架橋剤または疎水化剤を有しうる。

【0032】

本明細書にて、「疎水性物質」は、水を引き付けけない物質を意味する。例えば、ワックス、ロジン、樹脂、糖脂肪酸エステル、ジケテン、シェラック、ビニルアセテート、PLA、PEI、油、脂肪、脂質、他の撥水化学薬品、またはこれらの組合せが疎水性物質である。

【0033】

本明細書にて、「疎水性」は、撥水性であり、水をはじき、吸収しない傾向がある特性を意味する。

【0034】

本明細書にて、「耐脂質性」または「疎油性」は、撥脂質性であり、脂質、グリース、脂肪等をはじき、吸収しない傾向がある特性を意味する。関連した態様にて、耐グリース性は、「3Mキット」試験またはTAPPI T559キット試験によって測定できる。

【0035】

本明細書にて、「セルロース含有材料」または「セルロースベースの材料」は、セルロースから本質的になる組成物を意味する。例えば、そのような材料としては、紙、紙シート、板紙、製紙用パルプ、食品貯蔵用カートン、羊皮紙、ケーキ用板紙、包肉用紙、剥離紙／ライナー、食品貯蔵用袋、買い物袋、輸送用袋、ベーコン用板紙、絶縁材料、ティーバッグ、コーヒーまたはティー用容器、堆肥バッグ、食器、ホットまたはコールド飲料を保持するための容器、カップ、蓋、プレート、炭酸入り液体貯蔵用ビン、ギフトカード、炭酸の入っていない液体貯蔵用ビン、食品ラップ用フィルム、生ごみ処理容器、食品取り扱い用具、ファブリック繊維（例えば、綿または綿ブレンド）、水の貯蔵および運搬用具、アルコールまたは非アルコール性飲料、電子製品用の外部ケーシングまたはスクリーン、家具の内部または外部構成品、カーテン、ならびに室内装飾用品を挙げられるが、これらに限定されない。

【0036】

本明細書にて、「剥離紙」は、粘着性表面が接着剤またはマスティックに早まって付着することを防止するために使用される紙シートを意味する。一態様にて、本明細書に記載のコーティングは、ケイ素もしくは他のコーティングに代わりまたはその使用を低減して、低表面エネルギーを有する材料を生成するために使用できる。表面エネルギーの決定は、接触角の測定（例えば、Optical Tensiometer and/or High Pressure Chamber; Dyne Testing, Staffordshire, United Kingdom）またはSurface Energy Test Pens or Inksの使用（例えば、Dyne Testing, Staffordshire, United Kingdomを参照されたい。）によって容易に達成できる。

【0037】

本明細書にて、「剥離可能な」は、SFAEに関連して、SFAEコーティングが一旦塗布されれば、セルロースベースの材料からの除去が可能であること（例えば、物理的特性を操作することによって除去可能）を意味する。本明細書にて、SFAEに関連して「剥離不可能な」は、SFAEコーティングが一旦塗布されれば、セルロースベースの材料に実質的に不可逆結合すること（例えば、化学的手段により除去可能）を意味する。

【0038】

本明細書にて、「溶液状態の繊維」または「パルプ」は、セルロース繊維を木材、繊維作物または紙くずから化学的または機械的分離することによって調製されたリグノセルロース系繊維材料を意味する。本明細書に記載の方法によってセルロース繊維が処理される関連した態様にて、セルロース繊維自体は、結合している糖脂肪酸エステルを孤立した実体として含有し、結合しているセルロース繊維が遊離の繊維とは別個の異なる特性を有する（例えば、パルプまたはセルロース繊維またはナノセルロースまたはマイクロフィブリル化セルロース—糖脂肪酸エステル結合材料であれば、非結合繊維ほど容易には繊維間で水素結合を形成しない）。

【0039】

本明細書にて、「折畳み式紙」は、これらが塑性を有する（例えば、元の形状（integrity）を失わずに変形できる）方法で処理されたセルロースのシートを意味する。そのような紙は、マイクロエンボス加工（すなわち浮彫りを目立たせる形状を可能にする小さな皺）を含んでいてもよく、または元々成型可能（moldable）であってもよい（例えば、Billrud Korsnas、SWEDENから入手可能なFIBREFORM（登録商標））。

【0040】

本明細書にて、「再パルプ化可能な」は、紙または板紙製品を、紙または板紙の製造に再使用するための定形のない軟質の塊に押しつぶすのに適したものにすることを意味する。

【0041】

本明細書にて、「調節可能な」は、その文法上の変形を含めて、特定の結果を達成するように方法を調整または適応させることを意味する。

【0042】

本明細書にて、「水接触角（water contact angle）」は、液体／蒸気の界面が固体表面と遭遇する、液体を通して測定される角度を意味する。それは、液体により固体表面の濡れ性を定量化する。接触角は、液体および固体の分子が相互作用する強さを、それぞれがそれぞれ自身の種類と作用する強さと比較して反映したものである。多くの高親水性表面では、水滴は0°～30°の接触角を示す。一般に、水接触角が90°より大きい場合、固体表面は疎水性であるとみなされる。水接触角は、光学式張力計（例えば、Dyne Testing、Staffordshire、United Kingdomを参照されたい。）を使用して容易に得ることができる。

【0043】

本明細書にて、「透湿性（water vapour permeability）」は、通気性、またはテキスタイルが湿気を移動させる能力を意味する。異なる測定方法が少なくとも2つある。その1つであるISO 15496に準拠したMVT R（透湿速度）試験は、ファブリックの透湿性（WVP）、したがって外気への汗輸送の程度を示す。測定により、1平方メートルのファブリックを24時間で通過する湿気（水蒸気）のグラム数が決定される（レベルが高いほど、通気性が高くなる）。

【0044】

一態様にて、TAPPI T 530 Herculesサイズ試験（すなわち、耐インキ性による紙のサイズ試験）が、耐水性を決定するために使用されることがある。Hercules法による耐インキ性は、浸透の程度の直接測定試験と分類されるのが最善である。他によって、それが浸透試験の速度と分類される。「サイジングを測定する」最善の試験は1つもない。試験選択は最終用途、およびミル制御の必要性に依存する。この方法

10

20

30

40

50

は、サイジングレベルの変化を正確に検出するミル制御サイジング試験として使用するのに特に適している。それは、再現性のある結果をもたらし、試験時間を短縮し、終点を自動的に決定しながら、インキフロート試験の感度を提供する。

【0045】

水性液体の紙を通した透過または水性液体の紙への吸収に対する耐性によって測定されるサイジングは、多くの紙の重要な特徴である。これらの典型的なものは、袋、容器用板紙、包肉用ラップ、筆記用、およびいくつかの印刷グレードである。

【0046】

この方法が、特定の最終用途向けの紙または板紙の製造をモニターするために使用されることがある。ただし、試験値と紙の最終用途性能との間に許容される相関関係が確立されていることを条件とする。試験および浸透物の性質のために、それは、全ての最終用途要件に適用可能であるのに十分なほど相互関係を示すとは限らない。この方法は、浸透度によりサイジングを測定する。他の方法は、表面接触、表面浸透、または吸収によりサイジングを測定する。最終用途における水接触または吸収の手段をシミュレートする能力に基づくサイズ試験が選択される。この方法は、サイズ化学薬品使用コストを最適化するためにも使用できる。

【0047】

本明細書にて、「透酸素性 (oxygen permeability)」は、ポリマーがガスまたは流体の通過を可能にする程度を意味する。材料の透酸素性 (Dk) は、拡散率 (D) (すなわち、酸素分子が材料を横断する速さ) および溶解度 (k) (または材料の1体積当たりの酸素分子の吸収量) の関数である。透酸素性 (Dk) の値は、典型的に $10 \sim 150 \times 10^{-11} (\text{cm}^2 \text{ ml O}_2) / (\text{s ml mmHg})$ の範囲内に入る。ヒドロゲル含水量と透酸素性 (単位: バラー (Barrier) 単位) との間に半対数関係が示された。国際標準化機構 (ISO) は、圧力には SI 単位のヘクトパスカル (hPa) を使用して透過性を指定した。したがって、 $Dk = 10^{-11} (\text{cm}^2 \text{ ml O}_2) / (\text{s ml hPa})$ 。バラー単位は、それに定数 0.75 を乗じて hPa 単位に変換できる。

【0048】

本明細書にて、「生分解性」は、その文法上の変形を含めて、生物の作用によって (例えば、微生物によって)、特に無害な生成物に分解できることを意味する。

【0049】

本明細書にて、「リサイクル可能な」は、その文法上の変形を含めて、再使用に適した前記材料を作製するように、処理可能であり、または (中古および/または廃品について) 加工できる材料を意味する。

【0050】

本明細書にて、「ガーレー秒 (Gurley second)」または「ガーレー数 (Gurley number)」は、100立方センチメートル (デシリットル) の空気が1.0平方インチの所与の材料を水の圧力差4.88インチ (0.176 psi) で通過するのに必要な秒数を示す単位である (ISO 5636-5:2003) (多孔度)。また剛性について、「ガーレー数」は、垂直に保持された材料を所与の量 (1ミリグラムの力) 撓ませるために必要とされる力を測定する一部分の前記材料の単位である。そのような値は、Gurley Precision Instrumentsの装置 (Troy, New York) で測定できる。

【0051】

界面活性剤の親水性-親油性バランス (HLB) は、その分子の異なる領域の値を計算することによって決定される、それが親水性または親油性である程度の尺度である。

【0052】

1954年に記載された、非イオン性界面活性剤のグリフィンの方法は:

【化1】

$$HLB = 20 * M_h / M$$

10

20

30

40

50

〔式中、 M_h は、分子の親水性部分の分子質量であり、 M は、分子全体の分子質量である。〕であり、結果を0～20のスケールで示す。HLB値の0は、完全親油性／疎水性分子に相当し、HLB値の20は、完全親水性／疎油性分子に相当する。

【0053】

HLB値を使用して、分子の界面活性特性を予測できる。

<10：脂溶性（水不溶性）

>10：水溶性（不脂溶性）

1.5～3：消泡剤

3～6：W/O（油中水型）乳化剤

7～9：濡れ拡がり剤

13～15：洗浄剤

12～16：O/W（水中油型）乳化剤

15～18：可溶化剤またはヒドロトロブ

【0054】

いくつかの実施形態にて、本明細書に記載の糖脂肪酸エステル（または前記エステルを含む組成物）のHLB値は、より低い範囲とすることができる。他の実施形態にて、本明細書に記載の糖脂肪酸エステル（または前記エステルを含む組成物）のHLB値は、中～より高い範囲とすることができる。

【0055】

本明細書にて、「SEFOSE（登録商標）」は、ダイズ油から作製された1種または複数の不飽和脂肪酸を含有するスクロース脂肪酸エステル（ダイズ油脂肪酸エステル）の名称であり、Procter & Gamble Chemicals (Cincinnati, OH) から販売名SEFOSE 1618Uで市販されている（以下のポリダイズ油脂肪酸スクロースを参照されたい。）。本明細書にて、「OLEAN（登録商標）」は、式 $C_{n+12}H_{2n+22}O_{13}$ を有し、全ての脂肪酸が飽和脂肪酸であるスクロース脂肪酸エステルの名称であり、Procter & Gamble Chemicalsから入手可能である。

【0056】

本明細書にて、「ダイズ油脂肪酸エステル」は、ダイズ油由来の脂肪酸の塩の混合物を意味する。

【0057】

本明細書にて、「脂肪種子脂肪酸」は、ダイズ、ピーナッツ、アブラナ、大麦、カノーラ、ゴマ種子、綿種子、パーム核、ブドウ種子、オリーブ、ベニバナ、ヒマワリ、コブラ、トウモロコシ、ココナッツ、アマニ、ヘーゼルナッツ、小麦、コメ、ジャガイモ、カッサバ、豆果、カメリナ種子、マスタード種子、およびこれらの組合せに限定されないがこれらを含む植物由来の脂肪酸を意味する。

【0058】

本明細書にて、「湿潤強さ」は、紙が湿潤状態であるとき、紙をまとめる繊維のウェブがいかにうまく破断の力に抵抗することができるかの尺度を意味する。湿潤強さは、Thwing-Albert Instrument Company (West Berlin, NJ) のFinch Wet Strength Deviceを使用して測定できる。その場合、湿潤強さが、典型的に、エポキシ樹脂を含めてキメン、カチオン性グリオキシ化樹脂、ポリアミドアミン-エピクロロヒドリン樹脂、ポリアミン-エピクロロヒドリン樹脂等の湿潤強さ添加剤によってもたらされる。一実施形態にて、本明細書に記載のSFAEでコーティングされたセルロースベースの材料は、そのような添加剤の非存在下でそのような湿潤強さをもたらす。

【0059】

本明細書にて、「湿潤」は、水または別の液体で満たされ、または飽和されていることを意味する。

【0060】

一実施形態にて、本明細書に記載の方法は、糖脂肪酸エステルのセルロース系表面への結合、またはセルロース表面に結合できるコーティング剤用の担体として前記糖脂肪酸エステルを含有する乳濁液とのセルロース系表面の接触を含み、前記方法は、セルロース系材料と、糖脂肪酸エステル、乳濁液、または両方のいずれかとを接触させるステップと、接触させたセルロース系材料を、熱、放射線、触媒またはこれらの組合せに、糖脂肪酸エステルまたはコーティング剤をセルロース系材料と結合させるのに十分な時間曝露するステップとを含む。関連した態様にて、そのような放射線としては、UV、IR、可視光、またはこれらの組合せを挙げられるが、これらに限定されない。別の関連した態様にて、反応は、室温（すなわち、25℃）～約150℃、約50℃～約100℃、または約60℃～約80℃で実施できる。

【0061】

さらに、SFAEとセルロース系材料との間の結合反応は、実質的に純粋な糖脂肪酸エステルを用いて行われてもよく、または前記糖脂肪酸エステルは乳濁液の一部であってもよい。一態様にて、糖脂肪酸エステル乳濁液は、モノー、ジー、トリー、テトラー、ペンター、ヘキサー、ヘプター、またはオクタエステルの混合物を含有できる。別の態様にて、乳濁液は、乳タンパク質（例えば、カゼイン、乳清タンパク質等）、小麦グルテン、ゼラチン、プロラミン（例えば、トウモロコシゼイン）、ダイズタンパク質分離物、デンプン、加工デンプン、アセチル化多糖、アルギネート、カラギナン、キトサン、イヌリン、長鎖脂肪酸、ワックス、およびこれらの組合せに限定されないがこれらを含む、タンパク質、多糖および脂質を含有できる。

【0062】

一実施形態にて、糖脂肪酸エステルまたは乳濁液は、前記エステルのエポキシ誘導体と混合されてもよく（例えば、引用によりその全てが本明細書の一部をなすものとする、米国特許第9096773号明細書を参照されたい。）、そのようなエポキシ誘導体は、例えば、接着剤として機能しうる。

【0063】

一実施形態にて、セルロース系材料は、ポリビニルアルコール（PVOH）および／またはプロラミンの添加により、疎油性になりうる。一態様にて、プロラミンとしては、ゼイン、グリアジン、ホルデイン、セカリン、カチリン（katirin）およびアベニンが挙げられる。関連した態様にて、プロラミンはゼインである。

【0064】

一実施形態にて、開示される方法を使用して材料の増強が企図されないことを含めて、触媒および有機担体（例えば、揮発性の有機化合物）は、結合反応を実行するために必要とされない。関連した態様にて、反応時間は実質的に即時（すなわち1秒未満）である。また、得られる材料は低い遮断性を示す。

【0065】

本明細書に記載のように、単糖、二糖および三糖を含めて全ての糖の脂肪酸エステルは、本発明のこの態様と関連させた使用に適応可能である。関連した態様にて、糖脂肪酸エステルは、脂肪酸部分が飽和でも、不飽和でも、またはこれらの組合せでもよいことを含めて、モノー、ジー、トリー、テトラー、ペンター、ヘキサー、ヘプター、またはオクターエステル、およびこれらの組合せとすることができる。

【0066】

如何なる理論に拘泥されるものではないが、糖脂肪酸エステルとセルロースベースの材料との間の相互作用は、イオン性、疎水性、ファンデルワールス相互作用、または共有結合、またはこれらの組合せによるものとして行うことができる。関連した態様にて、セルロースベースの材料に結合している糖脂肪酸エステルは、（例えば、飽和脂肪酸と不飽和脂肪酸の組合せを含むSFAEを使用して）実質的に不可逆的である。

【0067】

また、十分な濃度における糖脂肪酸エステルの結合だけで、セルロース系材料を疎水性にするのに十分である。すなわち、疎水性は、糖脂肪酸エステル結合だけで、とりわけセ

10

20

30

40

50

ルロース系材料の強化、剛化、およびバルキングなどの他の特性が達成されることを含め、ワックス、ロジン、樹脂、ジケテン、シェラック、ビニルアセテート、P L A、P E I、油、他の撥水性の化学薬品またはこれらの組合せ（すなわち、第2の疎水性物質）を添加することなく、達成される。

【0068】

開示される本発明の利点は、複数の脂肪酸鎖が、セルロース、および構造中の2つの糖分子と反応し、例えば開示されるスクロース脂肪酸エステルが、堅い架橋網目を生じ、紙、板紙、エアレイドおよび湿式不織布、ならびにテキスタイルなどの繊維ウェブの強度が改善されることである。これは、通常他のサイジングまたは疎水性処理の化学的性質では見られない。本明細書に記載の糖脂肪酸エステルは、他の多くの耐水性の化学的性質を使用するときには存在しない特性である湿潤強さも発生／増大させる。

10

【0069】

別の利点は、開示の糖脂肪酸エステルが繊維を軟化させ、それらの間の空間を増大し、これによって、重量を実質的に増加させることなく嵩（bulk）が増大することである。また、本明細書に記載のように修飾された繊維およびセルロースベースの材料を再パルプ化することがある。また、例えば水が、低表面エネルギーバリアを容易に「押し分けて（pushed）」通り、シートに入り込むことはあり得ない。

【0070】

飽和S F A Eは、典型的に公称の加工温度で固体であり、不飽和S F A Eは、典型的に液体である。これによって、水性コーティング中で飽和S F A Eの均一で安定な分散体を、典型的には親水性である他のコーティング成分との著しい相互作用または不相溶性なしに形成することが可能になる。さらに、このような分散体によって、コーティングのレオロジー、均一なコーティング塗布、またはコーティング性能特性に悪影響を及ぼすことなく、高濃度の飽和S F A Eを調製することが可能になる。コーティング層の加熱、乾燥および複合化時に飽和S F A Eの粒子が溶融し、拡がる時、コーティング表面は疎水性になる。一実施形態にて、水に曝露されたときでさえ強度を保持する嵩高い繊維構造を生成する方法が開示される。一般に乾燥された繊維スラリーは、水に曝露されると容易に分解される密度の高い構造を形成する。開示の方法を使用して作製される成形繊維製品としては、軽量で、強く、水および他の液体への曝露に対して耐性である、紙皿、ドリンクホルダー（例えば、カップ）、蓋、食品トレイおよびパッケージングを挙げることができる。

20

30

【0071】

一実施形態にて、糖脂肪酸エステルをポリビニルアルコール（P v O H）と混合して、耐水性コーティングのためのサイズ剤を生成する。本明細書に記載のように、糖脂肪酸エステルとP v O Hとの相乗関係が明らかになった。P v O Hは、それ自体良好な塗膜形成剤であり、セルロースと強い水素結合を形成することが当技術分野において公知であるが、水、特に熱水に対して耐性をあまりもたない。態様にて、P v O Hの使用は、糖脂肪酸エステルを乳化して、水性コーティングにする助けとなる。一態様にて、P v O Hは、繊維に沿って架橋するための豊富なO H基源を糖脂肪酸エステルに提供し、紙の強度、例えば特に湿潤強さ、および耐水性をP v O H単独で可能なことを超えて増大させる。糖上に遊離ヒドロキシルを有する飽和糖脂肪酸エステルでは、ジアルデヒド（例えば、グリオキサル、グルタルアルデヒド等）等の架橋剤も使用できる。

40

【0072】

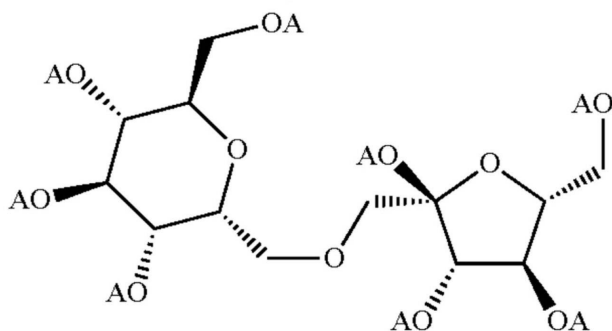
一実施形態にて、糖脂肪酸エステルは、脂肪酸のスクロースエステルを含む、またはそれらから本質的になる。多くの方法が、本発明に係る糖脂肪酸エステルを作製またはその他の方法で提供することで知られ、利用可能であり、そのような方法は全て、本発明の広範囲内の使用に利用可能であると考えられる。例えば、いくつかの実施形態にて、脂肪酸エステルは、糖を、ダイズ油、ヒマワリ油、オリーブ油、カノーラ油、落花生油、およびそれらの混合物に限定されないがこれらを含む脂肪種子から得られる1種または複数の脂肪酸部分でエステル化することによって合成されるのが好ましいことがある。

【0073】

50

一実施形態にて、糖脂肪酸エステルは、ヒドロキシル水素の1個または複数がエステル部分によって置換されたスクロース部分に限定されないがこれを含む糖部分を含む。関連した態様にて、二糖エステルは、式Ⅰ：

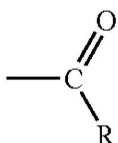
【化2】



式Ⅰ

【式中、「A」は、水素または下記構造Ⅰ：

【化3】



構造Ⅰ

(式中、「R」は、約8～約40個の炭素原子を有する直鎖状、分枝状、または環式の飽和または不飽和脂肪族または芳香族部分である。)を有し、少なくとも1つの「A」、式の少なくとも1つ、少なくとも2つ、少なくとも3つ、少なくとも4つ、少なくとも5つ、少なくとも6つ、少なくとも7つ、および全ての8つの「A」部分が構造Ⅰに一致している。】の構造を有する。関連した態様にて、本明細書に記載の糖脂肪酸エステルは、モノー、ジー、トリー、テトラー、ペンター、ヘキサー、ヘプター、またはオクターエステル、およびこれらの組合せとすることができ、脂肪族基は、全て飽和脂肪族基とすることができ、あるいは飽和および／もしくは不飽和基、またはこれらの組合せを含むことができる。

【0074】

好適な「R」基としては、1つまたは複数の置換基を含有するものを含めていずれの形の脂肪族部分も挙げられ、それらの置換基は部分中のいずれの炭素上にも出現してもよい。脂肪族部分内に官能基、例えばエーテル、エステル、チオ、アミノ、ホスホ等を含む脂肪族部分も含まれる。オリゴマーおよびポリマー脂肪族部分、例えばソルビタン、ポリソルビタンおよびポリアルコール部分も含まれる。「R」基を含む脂肪族(または芳香族)部分に加えることができる官能基の例としては、ハロゲン、アルコキシ、ヒドロキシ、アミノ、エーテルおよびエステル官能基が挙げられるが、これらに限定されない。一態様にて、前記部分は、架橋性官能基を有することがある。別の態様にて、SFAE(例えば、活性化クレー／顔料粒子)を表面に架橋することがある。別の態様にて、SFAE上に存在する二重結合が、他の表面に対する反応を促進するために使用されることがある。

【0075】

好適な二糖としては、ラフィノース、マルトデキストロース、ガラクトース、スクロース、グルコースの組合せ、フルクトースの組合せ、マルトース、ラクトース、マンノースの組合せ、エリトロースの組合せ、イソマルトース、イソマルツロース、トレハロース、トレハルロース、セロビオース、ラミナリビオース、キトビオース、およびこれらの組合せが挙げられる。

【0076】

一実施形態にて、脂肪酸を添加するための基材としては、デンプン、ヘミセルロース、リグニン、またはこれらの組合せを挙げることができる。

【0077】

一実施形態にて、組成物は、デンプン脂肪酸エステルを含み、デンプンは、デントコーンデンプン、ワキシーコーンデンプン、バレイショデンプン、小麦デンプン、コメデンプン、サゴデンプン、タピオカデンプン、モロコシデンプン、サツマイモデンプン、およびこれらの混合物などのいずれか好適な源に由来することがある。

【0078】

より詳細には、デンプンは、未加工デンプン、または化学的、物理的もしくは酵素的加工によって加工されたデンプンとすることができる。

【0079】

化学的加工には、加工デンプン（例えば、プラスターチ材料）を生じる、化学薬品によるデンプンの任意処理が含まれる。化学的加工の範囲内には、デンプンの解重合、デンプンの酸化、デンプンの還元、デンプンのエーテル化、デンプンのエステル化、デンプンの硝化、デンプンの脱脂、デンプンの疎水化等が含まれるが、これらに限定されない。化学加工デンプンは、化学処理のいずれかの組合せを使用することによっても調製できる。化学加工デンプンの例としては、アルケニルコハク酸無水物、特にオクテニルコハク酸無水物をデンプンと反応させて、疎水性エステル化デンプンを生成する反応；2，3-エポキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリドをデンプンと反応させて、カチオン性デンプンを生成する反応；エチレンオキシドをデンプンと反応させて、ヒドロキシエチルデンプンを生成する反応；ヒポクロリットをデンプンと反応させて、酸化デンプンを生成する反応；酸をデンプンと反応させて、酸解重合デンプンを生成する反応；デンプンをメタノール、エタノール、プロパノール、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素等の溶媒で脱脂して、脱脂デンプンを生成する反応が挙げられる。

【0080】

物理加工デンプンは、物理加工デンプンを提供する形で物理的に処理されたデンプンである。物理的加工の範囲内には、水の存在下におけるデンプンの熱処理、水の非存在下におけるデンプンの熱処理、いずれか機械的手段によるデンプン顆粒の破碎化、デンプンを加圧処理して、デンプン顆粒を溶融する処理等が含まれるが、これらに限定されない。物理加工デンプンは、いずれか物理的処理の組合せを使用することによっても調製できる。物理加工デンプンとしては、例えば、デンプン顆粒を顆粒破断なしに膨潤させるための、水性環境におけるデンプンの熱処理；ポリマー転位を引き起こすための、無水デンプン顆粒の熱処理；機械的分解によるデンプン顆粒の断片化；およびデンプン顆粒の溶融を引き起こすための、押出機によるデンプン顆粒の加圧処理が挙げられる。

【0081】

酵素的加工デンプンは、酵素的加工デンプンを提供する任意の形で酵素により処理された任意のデンプンである。酵素的加工の範囲内に、 α -アミラーゼとデンプンの反応、プロテアーゼとデンプンの反応、リパーゼとデンプンの反応、ホスホリラーゼとデンプンの反応、オキシダーゼとデンプンの反応等が含まれるが、これらに限定されない。酵素的加工デンプンは、酵素処理のいずれかの組合せを使用することによっても調製できる。デンプンの酵素的加工としては、例えば、アルファ-アミラーゼ酵素をデンプンと反応させて、解重合デンプンを生成する反応；アルファ-アミラーゼ枝切り酵素をデンプンと反応させて、枝切りデンプンを生成する反応；プロテアーゼ酵素をデンプンと反応させて、タンパク質含有量が低減されたデンプンを生成する反応；リパーゼ酵素をデンプンと反応させて、脂質含有量が低減されたデンプンを生成する反応；ホスホリラーゼ酵素をデンプンと反応させて、酵素的加工リン酸エステル化デンプンを生成する反応；およびオキシダーゼ酵素をデンプンと反応させて、酵素的酸化デンプンを生成する反応が挙げられる。

【0082】

二糖脂肪酸エステルは、式I〔式中、「R」基は、脂肪族であり、直鎖状または分枝状であり、飽和または不飽和であり、約8～約40個の炭素原子を有する。〕によるスクロース脂肪酸エステルとすることができる。

【0083】

本明細書にて、用語「糖脂肪酸エステル」および「スクロース脂肪酸エステル」は、異なる純度を有する組成物、および任意の純度レベルの化合物の混合物を含む。例えば、糖脂肪酸エステル化合物は、実質的に純粋な材料とすることができ、すなわち、構造Ⅰ部分の１種のみによって置換されている「Ａ」基を所定数の有する（すなわち、全ての「Ｒ」基は同じであり、スクロース部分の全ては同等な程度に置換されている）化合物を含むことができる。それは、置換度が異なるが、置換基の全ては同じ「Ｒ」基構造を有する２種以上の糖脂肪酸エステル化合物のブレンドを含む組成物も含む。それは、「Ａ」基の置換度が異なり、「Ｒ」基の置換基部分が独立して、構造Ⅰの２つ以上の「Ｒ」基から選択される化合物の混合物である組成物も含む。関連した態様にて、組成物中の前記糖脂肪酸エステルが同じでも、異なってもよいこと（すなわち、異なる糖脂肪酸エステルの混合物）を含めて、「Ｒ」基は同じでも異なってもよい。

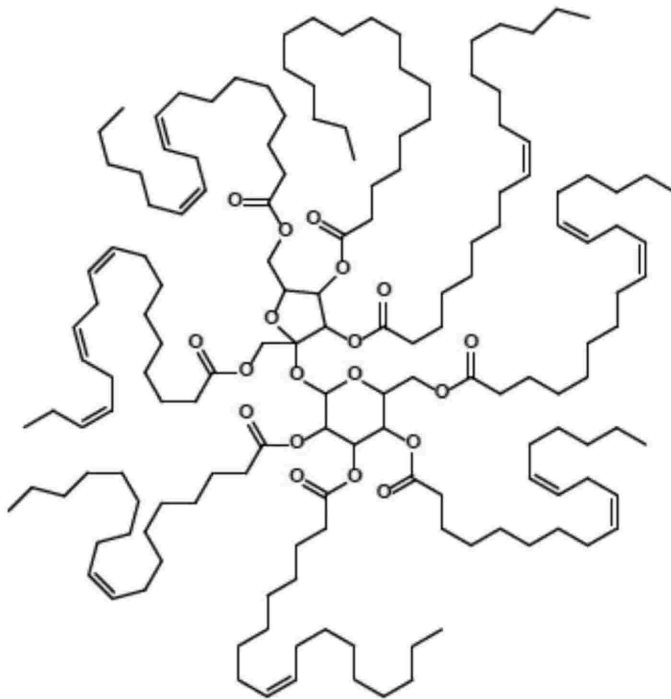
10

【００８４】

本発明に係る組成物では、組成物が、高置換度を有する糖脂肪酸エステル化合物からなることができる。一実施形態にて、糖脂肪酸エステルは、ポリダイズ油脂肪酸スクロースである。

【００８５】

【化４】



20

30

ポリダイズ油脂肪酸スクロース(SEFOSE(登録商標) 1618U)

40

【００８６】

糖脂肪酸エステルは、公知のエステル化方法で、実質的に純粋な脂肪酸を用いたエステル化により作製できる。それらは、糖と、例えば天然源、例えば脂肪種子から抽出された油、例えばダイズ油に見られるものに由来する脂肪酸グリセリドの形をした脂肪酸エステルとを使用したエステル交換によっても調製できる。脂肪酸グリセリドを使用してスクロース脂肪酸エステルを提供するエステル交換反応については、例えば、米国特許第３９６３６９９号明細書；同第４５１７３６０号明細書；同第４５１８７７２号明細書；同第４６１１０５５号明細書；同第５７６７２５７号明細書；同第６５０４００３号明細書；同第６１２１４４０号明細書；同第６９９５２３２号明細書、および国際公開第１９９２００４３６１号（Ａ１）に記載されており、各々は引用によりその全てが本明細書の一部を

50

なすものとする。

【0087】

エステル交換を介して疎水性スクロースエステルを作製することに加えて、酸塩化物を、スクロースに類似した環構造を含有するポリオールと直接反応させることによって、セルロース系繊維物品において同様の疎水性を達成できる。

【0088】

上述のように、スクロース脂肪酸エステルは、天然源に由来するグリセリドから調整されたメチルエステル供給原料からスクロースのエステル交換により調製できる（例えば、引用によりその全てが本明細書の一部をなすものとする、米国特許第6995232号明細書を参照されたい。）。脂肪酸の源の結果として、スクロース脂肪酸エステルを調製するために使用される供給原料は、12～40個の炭素原子を含む脂肪酸部分を有する様々な飽和および不飽和脂肪酸メチルエステルを含有する。これは、そのような源から作製された生成物であるスクロース脂肪酸エステルに反映されるが、その理由は、生成物を含むスクロース部分が、エステル部分置換基の混合物を含有するためであり、上記の構造Iを参照して、「R」基は、スクロースエステルを調製するために使用された供給原料を反映する比で12～26個の炭素原子を有する混合物である。さらにこの点を説明するように、ダイズ油に由来するスクロースエステルは、ダイズ油が26重量%のオレイン酸（ $\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}-[\text{CH}_2]_7-\text{C}(\text{O})\text{OH}$ ）のトリグリセリド、49重量%のリノール酸（ $\text{H}_3\text{C}-[\text{CH}_2]_3-[-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}]_2-[-\text{CH}_2-]_7-\text{C}(\text{O})\text{OH}$ ）のトリグリセリド、11重量%のリノレン酸（ $\text{H}_3\text{C}-[-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-]_3-[-\text{CH}_2-]_7-\text{C}(\text{O})\text{OH}$ ）のトリグリセリド、および14重量%の、参照により本明細書に組み込まれる Seventh Ed. Of the Merck Index に記載されている様々な飽和脂肪酸トリグリセリドを含むことを反映する「R」基構造を有する種の混合物である。これらの脂肪酸部分の全ては、生成物であるスクロース脂肪酸エステルの置換基の「R」基において代表的なものである。したがって、天然源、例えばダイズ油脂肪酸スクロースに由来する脂肪酸供給原料を採用する反応の生成物として本明細書でスクロース脂肪酸エステルを参照するとき、用語は、スクロース脂肪酸エステルが調製される源の結果として典型的に見られる様々な構成要素の全てを含むことを意図する。関連した態様にて、開示の糖脂肪酸エステルは、低粘度（例えば、室温または標準気圧下で約10～2000センチポアズ）を示すことがある。別の態様にて、不飽和脂肪酸は、1つ、2つ、3つまたはそれ以上の二重結合を有することがある。

【0089】

本発明の一実施形態にて、糖脂肪酸エステル、態様にて二糖エステルは、平均して約6個より多い炭素原子、約8～16個の炭素原子、約8～約18個の炭素原子、約14～約18個の炭素原子、約16～約18個の炭素原子、約16～約20個の炭素原子、約20～約40個の炭素原子を有する脂肪酸から形成される。

【0090】

一実施形態にて、糖脂肪酸エステルは、セルロースベースの材料の形に応じて疎水性を達成するために様々な濃度で存在できる。一態様にて、糖脂肪酸エステル（SFAE）がコーティングとしてセルロースベースの材料に結合されているとき、SFAEは、セルロースベースの材料の表面に少なくとも約0.1 g/m²～約1.0 g/m²、約1.0 g/m²～約2.0 g/m²、約2 g/m²～約3 g/m²のコーティング重量で存在する。関連した態様にて、それは、約3 g/m²～約4 g/m²、約4 g/m²～約5 g/m²、約5 g/m²～約10 g/m²、約10 g/m²～約20 g/m²で存在できる。別の態様にて、セルロースベースの材料がセルロース繊維を含有する溶液であるとき、SFAEは、存在している全繊維の少なくとも約0.025%（wt/wt）の濃度で存在する。関連した態様にて、それは、存在している全繊維の約0.05%（wt/wt）～約0.1%（wt/wt）、約0.1%（wt/wt）～約0.5%（wt/wt）、約0.5%（wt/wt）～約1.0%（wt/wt）、約1.0%（wt/wt）～約2.0%（wt/wt）、約2.0%（wt/wt）～約3.0%（wt/wt）、約3.0%（w

t/wt)～約4.0%(wt/wt)、約4.0%(wt/wt)～約5.0%(wt/wt)、約5.0%(wt/wt)～約10%(wt/wt)、約10%(wt/wt)～約50%(wt/wt)で存在できる。別の関連した態様にて、SFAEの量は、存在している繊維の量と等しいことがある。いくつかの実施形態にて、SFAEは、セルロースベースの材料の外側表面全体をコーティングする(例えば、紙片またはセルロース含有物品全体をコーティングする)ことができる。

【0091】

他の実施形態にて、コーティングは、コーティングの重量に対して約0.9%～約1.0%(wt/wt)、約1.0%～約5.0%(wt/wt)、約5.0%～約10%(wt/wt)、約10%～約20%(wt/wt)、約20%～約30%(wt/wt)、約40%～約50%(wt/wt)の糖脂肪酸エステルを含むことができる。関連した態様にて、コーティングは、コーティングの重量に対して約25%～約35%(wt/wt)の糖脂肪酸エステルを含有できる。

10

【0092】

一実施形態にて、セルロース系材料としては、紙、板紙、紙シート、製紙用パルプ、カップ、箱、トレイ、蓋、剥離紙/ライナー、堆肥バッグ、買い物袋、輸送用袋、ベコン用板紙、ティーバッグ、絶縁材料、コーヒーまたはティー用容器、パイプおよび導水管、食品等級の使い捨てカトラリー、皿およびビン、TVおよび携帯機器用のスクリーン、衣類(例えば、綿または綿ブレンド)、包帯、感圧ラベル、感圧テープ、女性用製品、ならびに避妊具などの身体上または体内で使用される医療機器、薬物送達装置、医薬品材料(例えば、丸剤、錠剤、坐剤、ゲル剤等)の容器等が挙げられるが、これらに限定されない。また、開示のコーティング技術は、家具および室内装飾用品、野外キャンプ用具等にも使用できる。

20

【0093】

一態様にて、本明細書に記載のコーティングは、約3～約9の範囲のpHに対して耐性である。関連した態様にて、pHは、約3～約4、約4～約5、約5～約7、約7～約9とすることができる。

【0094】

一実施形態にて、アルカン酸誘導体を糖脂肪酸エステルと混合して、乳濁液を形成し、その乳濁液を使用して、セルロースベースの材料を処理する。

30

【0095】

一実施形態にて、本明細書に記載の方法によってもたらされたセルロース含有材料は、処理を伴わないセルロース含有材料に比べて、高い疎水性または高い耐水性を示す。関連した態様にて、処理されたセルロース含有材料は、処理を伴わないセルロース含有材料に比べて高い疎油性または耐グリース性を示す。別の関連した態様にて、処理されたセルロース含有材料は、生分解性、堆肥化可能、および/またはリサイクル可能でありうる。一態様にて、処理されたセルロース含有材料は、疎水性(耐水性)および疎油性(耐グリース性)である。

【0096】

一実施形態にて、処理されたセルロース含有材料は、未処理のその同一の材料と比べて、改善された機械的特性を有することがある。例えば、本明細書に記載の方法で処理された紙袋は、増加した破裂強度、ガーレー数、引張強さおよび/または最大負荷エネルギーを示す。一態様にて、破裂強度は、約0.5～1.0倍、約1.0～1.1倍、約1.1～1.3倍、約1.3～1.5倍増加している。別の態様にて、ガーレー数は、約3～4倍、約4～5倍、約5～6倍、および約6～7倍増加した。さらに別の態様にて、引張歪は、約0.5～1.0倍、約1.0～1.1倍、約1.1～1.2倍、および約1.2～1.3倍増加した。また別の態様にて、最大負荷エネルギーは、約1.0～1.1倍、約1.1～1.2倍、約1.2～1.3倍、および約1.3～1.4倍増加した。

40

【0097】

一実施形態にて、セルロース含有材料は、例えば米国特許出願公開第2015/016

50

7243号明細書（引用によりその全てが本明細書の一部をなすものとする）に記載のように、マイクロフィブリル化セルロース（MFC）またはセルロースナノファイバー（CNF）を含む原紙であり、MFCまたはCNFを、成形プロセスおよび製紙プロセス時に添加して、かつ／またはコーティングもしくは2次層として前成形層（prior forming layer）に添加して、該原紙の多孔度を低下させる。関連した態様にて、原紙を上記の糖脂肪酸エステルと接触させる。別の関連した態様にて、接触させた原紙をさらにポリビニルアルコール（PvOH）と接触させる。一実施形態にて、得られた接触させた原紙は、調節可能に耐水性および耐脂質性である。関連した態様にて、得られた原紙は、少なくとも約10～15（すなわち、ガーレー透気抵抗度（秒／100cc、20オンスシリンダー））、または少なくとも約100、少なくとも約200～約350のガーレー値を示すことがある。一態様にて、糖脂肪酸エステルコーティングは、1層もしくは複数層の積層体とすることができ、または1層もしくは複数層を積層体として形成することができ、または1層もしくは複数層のコーティングの量を低減して、同様の性能効果（例えば、耐水性、耐グリース性等）を達成できる。関連した態様にて、積層体は、生分解性および／または構成可能なヒートシールまたは接着剤を含むことがある。

【0098】

一実施形態にて、糖脂肪酸エステルを乳濁液として配合することがあり、乳化剤および使用量の選択は、組成物の性質および乳化剤が糖脂肪酸エステルの分散を促進する能力によって指示される。一態様にて、乳化剤としては、水、緩衝剤、ポリビニルアルコール（PvOH）、カルボキシメチルセルロース（CMC）、乳タンパク質、小麦グルテン、ゼラチン、プロラミン、ダイズタンパク質分離物、デンプン、アセチル化多糖、アルギネート、カラギナン、キトサン、イヌリン、長鎖脂肪酸、ワックス、寒天、アルギネート、グリセロール、ガム、レシチン、ポロキサマー、モノグリセロール、ジグリセロール、リン酸モノナトリウム、モノステアレート、プロピレングリコール、洗浄剤、セチルアルコール、およびこれらの組合せを挙げられるが、これらに限定されない。別の態様にて、糖エステル：乳化剤の比は、約0.1：99.9、約1：99、約10：90、約20：80、約35：65、約40：60、および約50：50とすることができる。最終製品に望ましい性質に応じて比を変えてもよいことは、当業者にとって明らかであろう。

【0099】

一実施形態にて、糖脂肪酸エステルは、顔料（例えば、クレー、炭酸カルシウム、二酸化チタン、プラスチック顔料）、結合剤（例えば、デンプン、ダイズタンパク質、ポリマー乳濁液、PvOH）、および添加剤（例えば、グリオキサール、グリオキサール化樹脂、ジルコニウム塩、ステアリン酸カルシウム、レシチンオレエート、ポリエチレン乳濁液、カルボキシメチルセルロース、アクリル系ポリマー、アルギネート、ポリアクリレートガム、ポリアクリレート、殺微生物剤、油系消泡剤、シリコン系消泡剤、スチルベン、直接染料および酸性染料）に限定されないがこれらを含む、内部および表面サイジングのための1種または複数のコーティング成分（単独または組合せ）と組合せることができる。関連した態様にて、そのような成分は、微多孔性構造を建てる、光散乱表面を提供する、インキ受理性を改善する、光沢性を改善する、顔料粒子を結合する、コーティングを紙、ベースシート補強材に結合させる、顔料構造の細孔を埋める、感水性を低減する、オフセット印刷におけるウェットピックに抵抗する、ブレードスクラッチングを防止する、スーパーカレンダリングにおける光沢性を改善する、発塵を低減する、コーティング粘度を調整する、保水を実現する、顔料を分散する、コーティング分散を維持する、コーティング／コーティング色剤の劣化を防止する、発泡を制御する、同伴空気およびコーティングクレーターを低減する、白さおよび明るさを増大させる、色および色合いを制御することに限定されないがこれらを含む1つまたは複数の特性をもたらすことができる。最終製品に望ましい特性に応じて組合せを変えてもよいことは、当業者にとって明らかであろう。

【0100】

一実施形態にて、糖脂肪酸エステルを採用する方法は、1次／2次コーティング（例えば、シリコンベースの層、デンプンベースの層、クレーベースの層、PLA層、PEI

層等)を塗布するコストを下げるために使用されることがあり、必要な特性(例えば、耐水性、低表面エネルギー等)を示す材料の層を設け、これによって同様の特性を達成するのに必要な1次/2次層の量が低減される。一態様にて、材料(例えば、ヒートシール可能な作用剤)を、SFAE層の上にコーティングすることができる。一実施形態にて、組成物は、フルオロカーボンおよびシリコンフリーである。

【0101】

一実施形態にて、組成物は、処理された生成物の機械的および熱的安定性の両方を高める。一態様にて、表面処理は、約-100℃~約300℃の温度で熱安定性である。別の関連した態様にて、セルロースベースの材料の表面は、約60°~約120°の水接触角を示す。別の関連した態様にて、表面処理は、約200℃~約300℃の温度で化学的に安定である。

10

【0102】

基材は、塗布前に(例えば、約80~150℃で)乾燥させることがあるが、改質組成物を用いて、例えば浸漬し、表面を組成物に1秒未満曝露できることによって処理できる。基材を加熱して、表面を乾燥することができ、その後、改質された材料はすぐに使用できる状態である。一態様にて、本明細書に記載の方法に従って、基材を、典型的に製紙工場で実施されるいずれか好適なコーティング/サイジング方法で処理することがある(例えば、全体として参照により本明細書に組み込まれるSmook, G., Surface Treatments, Handbook for Pulp & Paper Technologists, (2016), 4th Ed., Cpt. 18, pp. 293-309, TAPPI Press, Peachtree Corners, GA USAを参照されたい。)

20

【0103】

一部の用途では、材料を処理前に乾燥することがあるが、本発明を実施する際に材料の特別な調製は必要でない。一実施形態にて、開示の方法を、フィルム、剛性容器、繊維、パルプ、ファブリック等に限定されないがこれらを含むいずれかのセルロースベースの表面に使用できる。一態様にて、糖脂肪酸エステルまたはコーティング剤を、通常のサイズプレス(垂直、傾斜、水平)、ゲートロールサイズプレス、計量サイズプレス、カレンダーサイズ塗布、チューブサイジング、オンマシン、オフマシン、片面コーター、両面コーター、ショートドエル、同時両面コーター、ブレードまたはロッドコーター、グラビアコーター、グラビア印刷、フレキソ印刷、インキジェット印刷、レーザー印刷、スーパーカレンダーリング、およびこれらの組合せによって塗布できる。

30

【0104】

供給源に応じて、セルロースは、紙、板紙、パルプ、軟材繊維、硬材繊維、またはこれらの組合せ、ナノセルロース、セルロースナノ繊維、ウィスカーまたはマイクロフィブリル、マイクロフィブリル化綿または綿ブレンド、セルロースナノ結晶、またはナノフィブリル化セルロースとすることができる。

【0105】

一実施形態にて、糖脂肪酸エステルコーティングの塗布量は、セルロース含有材料の少なくとも1つの表面を完全に被覆するのに十分な量である。例えば、一実施形態にて、糖脂肪酸エステルコーティングは、容器の完全な外側表面、容器の完全な内部表面、もしくはこれらの組合せ、または原紙の片側もしくは両側に塗布されることがある。他の実施形態にて、フィルムの完全な上部表面は、糖脂肪酸エステルコーティングで被覆されることがあり、またはフィルムの完全な下側表面は、糖脂肪酸エステルコーティングで被覆されることがあり、またはこれらの組合せでありうる。いくつかの実施形態にて、機器/計器の穴は、コーティングで被覆されることがあり、または機器/計器の外表面は、糖脂肪酸エステルコーティング、またはこれらの組合せで被覆されることがある。一実施形態にて、糖脂肪酸エステルコーティングの塗布量は、セルロース含有材料の少なくとも1つの表面を部分被覆するのに十分な量である。例えば、周囲雰囲気中に曝露される表面のみが、糖脂肪酸エステルコーティングで被覆され、または周囲雰囲気中に曝露されない表面のみが、糖

40

50

脂肪酸エステルコーティング（例えば、マスキング）で被覆される。当業者に明らかであるように、糖脂肪酸エステルコーティングの塗布量は、被覆される材料の使用に依存することがある。一態様にて、一方の表面は、糖脂肪酸エステルでコーティングされることがあり、反対側の表面は、タンパク質、小麦グルテン、ゼラチン、プロラミン、ダイズタンパク質分離物、デンプン、加工デンプン、アセチル化多糖、アルギネート、カラギナン、キトサン、イヌリン、長鎖脂肪酸、ワックス、およびこれらの組合せに限定されないがこれらを含む作用剤でコーティングされることがある。関連した態様にて、S F A E を完成紙料に添加することができ、ウェブ上の得られる材料には、S F A E の追加のコーティングが設けられていることがある。

【0106】

いずれか好適なコーティング方法は、方法のこの態様を実施する過程において塗布される様々な糖脂肪酸エステルコーティングおよび／または乳濁液のいずれかを送達するために使用されることがある。一実施形態にて、糖脂肪酸エステルのコーティング方法は、浸漬、吹付け、塗装、印刷、およびこれらの方法のうちのいずれかの任意の組合せを単独で、または開示される方法を実施するのに適応する他のコーティング方法とともに含む。

【0107】

例えば、糖脂肪酸エステルの濃度を上げることによって、本明細書に記載の組成物は、処理されているセルロースとより幅広く反応することができ、最終結果では、やはり改善された撥水／耐脂質特性が示される。しかし、必ずしもコート重量が高いほど、耐水性が増大するわけではない。一態様にて、様々な触媒によって、より速い「硬化」が可能になって、特定の用途を満たすように糖脂肪酸エステルの品質を正確に調節する。

【0108】

処理されるセルロースの選択、糖脂肪酸エステル、反応温度、および曝露時間が、最終製品のいずれか特定の用途に適するようにルーチンの実験法で最適化されることがある、方法のパラメータであることは、当業者にとって明らかであろう。

【0109】

誘導体化された材料は、当技術分野において公知である適切な試験を使用して画定および測定できる変更された物理的特性を有する。疎水性については、分析プロトコルとしては、接触角測定および吸湿量が挙げられるが、これらに限定されない。他の特性としては、剛性、W V T R、多孔度、引張強さ、基材分解の欠如、破裂および引裂特性が挙げられる。従うべき特定の標準化プロトコルは、米国材料試験協会によって定義されている（プロトコル A S T M D 7 3 3 4 - 0 8 ）。

【0110】

表面の水蒸気および酸素などの様々なガスに対する透過性は、材料のバリア機能が増強されるように糖脂肪酸エステルのコーティング方法でも変更されることがある。透過性を測定する標準ユニットは、パーラーであり、これらのパラメータを測定するプロトコルは、パブリックドメインでも入手可能である（水蒸気には A S T M 規格 F 2 4 7 6 - 0 5 および酸素には A S T M 規格 F 2 6 2 2 - 8 ）。

【0111】

一実施形態にて、本開示の手順に従って処理された材料は、微生物の攻撃下の環境における分解によって測定して、完全な生分解性を示す。

【0112】

フラスコ振盪法（A S T M E 1 2 7 9 - 8 9 （2008））および Z a h n - W e l l e n s 試験（O E C D T G 3 0 2 B）を含めて様々な方法が、生分解性を画定および試験するのに利用可能である。

【0113】

A S T M D 6 4 0 0 に限定されないがこれを含む様々な方法が、堆肥化可能性を画定および試験するのに利用可能である。

【0114】

本発明に係る方法による処理に適した材料としては、反応／結合に利用可能な表面をか

10

20

30

40

50

なりの割合で有する、綿繊維、亜麻等の植物繊維、木質繊維、再生セルロース（レーヨンおよびセロファン）、部分アルキル化セルロース（セルロースエーテル）、部分エステル化セルロース（アセテートレーヨン）、および他の改質セルロース材料など様々な形のセルロースが挙げられる。以上に述べたように、「セルロース」という用語は、これらの材料、ならびに同様の多糖構造および同様の特性を有する他のものを全て含む。これらのうち、比較的新しい材料のマイクロフィブリル化セルロース（セルロースナノファイバー）（例えば、引用するによりその全てが本明細書の一部をなすものとする、米国特許第4374702号明細書、米国特許出願公開第2015/0167243号明細書および同第2009/0221812号明細書を参照されたい。）が、本出願に特に適している。他の実施形態にて、セルロースとしては、三酢酸セルロース、プロピオン酸セルロース、酢酸プロピオン酸セルロース、酢酸酪酸セルロース、ニトロセルロース（硝酸セルロース）、硫酸セルロース、セルロイド、メチルセルロース、エチルセルロース、エチルメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、セルロースナノ結晶、ヒドロキシエチルメチルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、エチルヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、およびこれらの組合せを挙げられるが、これらに限定されない。

【0115】

本明細書に記載のセルロースの改質は、その疎水性の増大に加えて、その引張強さ、柔軟性および剛性も高め、それによってその使用の範囲もさらに拡がることもある。本明細書に記載の改質セルロースからまたはそれを使用することによって作製された生分解性および部分生分解性製品はリサイクル可能および堆肥化可能な製品を含めて全て、本開示の範囲内である。

【0116】

コーティング技術の利用可能な用途のうち、そのような品目としては、あらゆる目的のための容器、例えば、紙、板紙、製紙用パルプ、カップ、蓋、箱、トレイ、剥離紙／ライナー、堆肥バッグ、買い物袋、パイプおよび導水管、食品用使い捨てカトラリー、皿およびビン、TVおよび携帯機器用のスクリーン、衣類（例えば、綿または綿ブレンド）、包帯、感圧ラベル、感圧テープ、女性用製品、ならびに避妊具等の身体上または体内で使用される医療機器、薬物送達装置などが挙げられるが、これらに限定されない。また、開示されるコーティング技術を、家具および室内装飾用品、野外キャンプ用具等にも使用できる。

【0117】

以下の実施例は、本発明を説明するためのものであって、限定するものではない。

【実施例】

【0118】

【実施例1】

<糖脂肪酸エステル配合物>

SEFOSE（登録商標）は、室温で液体であり、ベンチトップ型引落装置を使用してこの材料を含有する全てのコーティング／乳濁液を室温で塗布した。様々なコート重量を生み出すために、ロッドのタイプおよびサイズを変更した。

【0119】

（配合物1）

50mlのSEFOSE（登録商標）を、195mlの水および5グラムのカルボキシメチルセルロース（FINNFIX（登録商標）10；CP Kelco、Atlanta、GA）を含有する溶液に添加した。5000rpmにセットしたSilversonホモジナイザーを使用して、この配合物を1分間混合した。この乳濁液を、漂白硬材パルプで作製された50グラムのベースシート、および無漂白軟材から構成された80グラムのシートにコーティングした。両紙をオーブン（105℃）に15分間入れ、乾燥した。オーブンから取り出した後、シートを実験台に置き、各シートにピペットで水（室温）を10滴加えた。この試験のために選択されたベースシートは水の小滴を直ちに吸収するが

、様々な量の S E F O S E（登録商標）でコーティングされたシートでは、コート重量が増加するにつれて耐水性のレベルが上昇していくことが見られた（表 1 を参照されたい。）。

【 0 1 2 0 】

【表 1】

表 1. SEFOSE(登録商標)を用いたベースシートの結果

コート重量(g/m ²)	硬材ベース 50g の 水ホールドアウト(分)	軟材ベース 80g の 水ホールドアウト(分)
3.2	1	0.5
4.1	14	9
6.4	30	25
8.5	50	40
9.2	100+	100+

10

【 0 1 2 1 】

耐水性は、重い方のシートでは不足し、シートが乾燥していなければ耐水性が達成されないことが観察された。

【 0 1 2 2 】

（配合物 2）

S E F O S E（登録商標）のカップストックへの添加：（これは、M F C 処理なしの単層ストックであることに留意されたい。ユーカリパルプで作製された板紙 1 1 0 グラム）。5 0 グラムの S E F O S E（登録商標）を、2 0 0 グラムの 5 % 加熱エチル化デンプン（E t h y l e x 2 0 2 5）に添加し、ベンチトップ型カディミルを使用して、3 0 秒間攪拌した。紙試料をコーティングして、オーブンに 1 0 5 °C で 1 5 分間入れた。1 0 ～ 1 5 個の試験小滴を、板紙のコーティングされた側面に置き、水ホールドアウト時間を測定し、下記表に記録した。未処理の板紙対照の水浸透は、瞬時的なものであった（表 2 を参照されたい。）。

【 0 1 2 3 】

【表 2】

表 2. SEFOSE(登録商標)処理したカップストックの熱水の浸透

塗布量 (g/m ²)	熱水(80°C)が浸透するために 要した時間
2.3	0.05 時間
4.1	0.5 時間
6.2	1.2 時間
8.3	3.5 時間
9.6	約 16 時間

20

30

【 0 1 2 4 】

（配合物 3）

純粋な S E F O S E（登録商標）を 4 5 °C に温めて噴霧ビンに入れた。均一な噴霧を、前例に列挙された紙ストック、ならびに一片の繊維板およびある量の綿布に適用した。水滴を試料に置くと、基材中への浸透が 3 0 秒以内に起こったが、オーブン中にて 1 0 5 °C で 1 5 分間乾燥した後、水滴が基材中に吸収される前に蒸発した。

【 0 1 2 5 】

継続的な調査は、S E F O S E（登録商標）が耐油性およびグリース性コーティングに使用される化合物と相溶性がありうるかどうかに関係した。S E F O S E（登録商標）は

40

50

、耐水性および剛性改善にとって有用である。剛性試験を行うために、板紙ストック 240 g を使用した。表 3 に、結果を示す。これらのデータは、単一のコート重量：5 グラム／平方メートルで得られたものであり、5 つの試料の平均が報告されている。結果は、本発明者らの V-5 Taber 剛性試験機モデル 150-E を用いて記録された Taber 剛性単位である。

【0126】

【表 3】

表 3. 剛性試験

試験試料	縦方向剛性	横方向剛性
対照板紙ーコーティングなし	77.6	51.8
SEFOSE(登録商標)	85.9	57.6
エルカ酸	57.9	47.4
塩化パルミトイル	47.7	39.5

10

【0127】

【実施例 2】

＜糖エステルセルロース系基材への結合＞

SEFOSE（登録商標）がセルロース系材料に可逆的に結合しているかどうかを決定するために、純粋な SEFOSE（登録商標）を純粋なセルロースと 50：50 の比で混合した。SEFOSE（登録商標）を 300 ° F で 15 分間反応させ、混合物を塩化メチレン（非極性溶媒）または蒸留水で抽出した。試料を 6 時間還流し、試料の重量分析を実施した。

20

【0128】

【表 4】

表 4. セルロース系材料からの SEFOSE(登録商標)の抽出

試料	全質量	SEFOSE(登録商標)量	抽出された SEFOSE(登録商標)	保持された SEFOSE(登録商標)(%)
CH ₂ Cl ₂	2.85	1.42	0.25	83%
H ₂ O	2.28	1.14	0.08	93%

30

【0129】

【実施例 3】

＜セルロース系表面の調査＞

MFC を含む原紙と含まない原紙の走査型電子顕微鏡像は、より細孔の少ないベースが、表面に反応している防水剤がはるかに少なくて済む可能性をもつことを示す。図 1 および図 2 に、未処理の中空隙率 Whatman 濾紙を示す。図 1 および図 2 は、誘導体化剤が反応できる曝露表面積が比較的広いことを示す。しかし、高多孔性シートには水が逃げ込む場所が十分あることも示される。図 3 および図 4 に、リサイクルパルプで作製された紙を MFC でコーティングする前およびコーティングした後を突き合わせて比較したものを示す（それらは、同一の試料の 2 つの倍率の図であり、画像の左側は明らかに MFC を含まない。）。試験によって、はるかに細孔の少ないシートの誘導体化は、長期水／蒸気バリア性能に対してより高い見込みを示すことがわかる。最後の 2 つの像は、対比のための、1 枚の濾紙の平均「細孔」を撮影した精密なクローズアップおよび CNF コート紙を同様の倍率で撮影した精密なクローズアップである。

40

【0130】

上記データから、臨界点である、より多くの材料の添加によって、性能が対応して向上することが明らかとなった。如何なる理論に拘泥されるものではないが、無漂白紙では反

50

応がより速いようであり、これは、リグニンの存在が反応を促進させる可能性があることを示唆している。

【0131】

実際に、SEFPOSE（登録商標）のような製品は、液体であり、容易に乳化することができ、それを、製紙工場によく使用されるコーティング設備において機能するように容易に適合させることができることが示唆される。

【0132】

〔実施例4〕

「Phluphi」

液体SEFPOSE（登録商標）を漂白硬材繊維と混合および反応させて、防水性手漉きシートを生み出す様々な形を生成した。スクロースエステルをシート形成前にパルプと混合すると、その大部分は繊維とともに保持されることが見出された。十分な加熱および乾燥を行うと、脆くてふわふわしているが、非常に疎水性の手漉きシートが形成された。この例では、0.25グラムのSEFPOSE（登録商標）を、6リットルの水中で4.0グラムの漂白硬材繊維と混合した。この混合物を手動で攪拌し、水を標準の手漉きシート鑄型に注いだ。得られた繊維マットを取り出し、325°Fで15分間乾燥した。生成したシートは、著しい疎水性を示し、かつ繊維自体の間の水素結合を大幅に低減させた。（100度より大きい水接触角が観察された）。乳化剤を添加できる。SEFPOSE（登録商標）と繊維は、約1：100～2：1とすることができる。

【0133】

その後の試験により、タルクはこれにおいて唯一の傍観物であり、追加の試験から外した。

【0134】

〔実施例5〕

<SEFPOSE（登録商標）コーティング特性に対する環境効果>

スクロースエステルと繊維の反応機構をよりよく理解する試みとして、湿潤強さ樹脂が添加されているが、耐水性を有さない（サイジングを含まない）漂白クラフトシートに、低粘度コーティングを塗布した。コーティングは全て、Brookfield粘度計を100rpmで使用し、測定して、250cps未満であった。

【0135】

SEFPOSE（登録商標）をEthylex 2025（デンプン）と乳化し、グラビアロールを介して紙に塗布した。比較のために、SEFPOSE（登録商標）をWestcote 9050 PVOHとも乳化した。図5に示すように、SEFPOSE（登録商標）の二重結合の酸化は、酸化的な化学的性質を増強する熱および追加の化学的環境の存在によって増強される（表5も参照されたい。）。

【0136】

10

20

30

40

50

【表 5】

表 5. SEFOSE(登録商標)に対する環境効果(破損までの分数)

時間	SEFOSE (登録商標)			
	PVOH	- PVOH	Ethylex	3:1
0	0.08	0.07	0.15	2
1	0.083	0.11	0.15	1.8
2	0.08	0.18	0.13	1.8
5	0.09	0.25	0.1	1.3
10	0.08	0.4	0.1	0.9
30	0.08	1.1	0.08	0.8
60	0.08	3.8	0.08	0.8
120	0.08	8	0.08	0.7
500	0.07	17	0.07	0.4

10

【0137】

【実施例 6】

<不飽和脂肪酸鎖対飽和脂肪酸鎖の効果>

SEFOSE（登録商標）を漂白軟材パルプと反応させ、乾燥して、シートを形成した。その後、 CH_2Cl_2 、トルエンおよび水で抽出して、パルプとの反応の程度を決定した。Soxhlet 抽出ガラス器具を使用して、少なくとも 6 時間抽出した。表 6 に抽出の結果を示す。

20

【0138】

【表 6】

表 6. SEFOSE(登録商標)結合パルプの抽出

	水	CH_2Cl_2	トルエン
乾燥パルプの質量	8.772g	9.237g	8.090g
添加された SEFOSE(登録商標)	0.85g	0.965g	0.798g
抽出量	0.007g	0.015g	0.020g

30

【0139】

データにより、SEFOSE（登録商標）の本質的に全てがシートに残っていることが示されている。これをさらに検証するために、同様の手順をパルプ単独で実施し、結果から、パルプ 10 g 当たり約 0.01 g が得られたことがわかった。如何なる理論に拘泥されるものではないが、これは、完全に除去されていなかった残留パルプ化学薬品またはより可能性の高い抽出物として容易に説明できる。

40

【0140】

セルロースの純粋な繊維（例えば、Sigma Aldrich (St. Louis, MO) の α -セルロース）を使用して、実験を繰り返した。SEFOSE（登録商標）の負荷率レベルが繊維の質量の約 20% 未満のままである限り、SEFOSE（登録商標）の質量の 95% 超が繊維とともに保持され、極性溶媒でも非極性溶媒でも抽出されなかった。如何なる理論に拘泥されるものではないが、焼付け時間および温度を最適化すると、繊維とともに残留するスクロースエステルがさらに増強されることがある。

【0141】

50

データから示されるように、一般的には乾燥後に材料からSEFPOSE（登録商標）を抽出できないことが明らかとなった。一方、SEFPOSE（登録商標）の代わりに、全て飽和脂肪酸鎖を含む脂肪酸（例えば、Procter & Gamble Chemicals（Cincinnati, OH）から入手可能なOLEAN（登録商標））が使用されると、（70℃以上の）熱水を使用して、材料中のOLEAN（登録商標）のほぼ100%を抽出できる。OLEAN（登録商標）はSEFPOSE（登録商標）と同一であるが、唯一の変更は、不飽和脂肪酸が結合している（SEFPOSE（登録商標））代わりに、飽和脂肪酸が結合している（OLEAN（登録商標））点である。

【0142】

別の注目すべき態様は、複数の脂肪酸鎖が、セルロース、および構造中の2つの糖分子と反応性を示し、SEFPOSE（登録商標）が堅い架橋網目を生じ、紙、板紙、エアレイドおよび湿式不織布、ならびにテキスタイルなど繊維ウェブの強度改善が導かれることである。

【0143】

〔実施例7〕

＜耐水性を達成するためのSEFPOSE（登録商標）の添加＞

硬材と軟材の両方のクラフトパルプを使用して、2グラムおよび3グラムの手漉きシートを作製した。SEFPOSE（登録商標）を1%パルプスラリーに0.1%以上のレベルで添加し、水を排出し、手漉きシートを形成すると、SEFPOSE（登録商標）は繊維とともに保持され、耐水性を付与した。0.1%～0.4%のSEFPOSE（登録商標）では、水が表面上にて数秒以下玉のよう（beaded）になった。SEFPOSE（登録商標）負荷が0.4%を超えると、1.5%より高い負荷率レベルに向けて、耐水性の時間が何分間に、次いで何時間に急速に増加した。

【0144】

〔実施例8〕

＜嵩高い繊維材料の製造＞

SEFPOSE（登録商標）をパルプに添加すると、繊維を軟化させ、これらの間の空間を増加させ、嵩高くなるように作用する。例えば、125g（乾燥状態）のパルプを含有する硬材パルプの3%スラリーを水切りし、乾燥すると、18.2立方センチメートルの体積を占めることがわかった。12.5gのSEFPOSE（登録商標）を、等量の125gの乾燥繊維を含有する同様の3%硬材パルプスラリーに添加した。水切りおよび乾燥した上、得られたマットは45.2立方センチメートルを占めた。

【0145】

30gの標準漂白硬材クラフトパルプ（Old Town Fuel and Fiber, LLC、Old Town、MEにより製造）を、60℃に温めておいたSEFPOSE（登録商標）とともに噴霧した。この4.3cm³を10,000rpmの碎解機に入れ、本質的に再パルプ化した。混合物を手漉きシート鑄型に通して注ぎ、105℃で乾燥した。得られた疎水性パルプは、8.1cm³の体積を占めた。この材料を2インチ角に裁断し、液圧プレスに入れ、圧力50トンを30秒間加えた。その四角の体積を大幅に低減したが、依然として圧力を加えない対照のために裁断された同様の2インチ角より50%高い体積を占めた。

【0146】

嵩および軟らかさの増加が観察されるだけでなく、水切りをしたときの強制再パルプ化マットによって、疎水性の全てが保持された繊維マットが得られたことも重要である。この品質は、水が低表面エネルギーバリアを容易に「押し分けて」通って、シートに入り込むことはあり得ないという知見に加えて、価値がある。疎水性の単一脂肪酸鎖の結合は、この特性を示さない。

【0147】

如何なる理論に拘泥されるものではないが、これは、SEFPOSE（登録商標）がセルロースと反応しており、セルロース繊維の表面のOH基がその後の水素結合に関与するの

10

20

30

40

50

にもはや利用不可能であるという追加の証拠を表す。他の疎水性材料が、初期の水素結合に干渉するが、再パルプ化時に、この影響は逆転され、セルロースのOH基は、再乾燥時に水素結合に自由に関与する。

【0148】

【実施例9】

<袋用紙試験データ>

下記表（表7）に、5～7 g/m²をSEFOSE（登録商標）およびポリビニルアルコール（PVOH）の混合物を無漂白クラフト袋ストック（対照）にコーティングすることによって付与された特性を示す。また参照のため、市販の袋も含む。

【0149】

【表7】

表7. 袋用紙試験

紙のタイプ	カリパス(Caliper) (0.001 インチ)	引張 (ポンド/インチ ²)	破裂 (psi)
試用袋(対照)	3.26	9.45	52.1
SEFOSE(登録商標)を用いた 試用袋	3.32	15.21	62.6
Sub サンドイッチ用袋	2.16	8.82	25.2
Home Depot 葉用袋	5.3	17.88	71.5

【0150】

表に示すように、対照原紙をSEFOSE（登録商標）およびPVOHでコーティングすると、引張および破裂は増加した。

【0151】

【実施例10】

<湿潤／乾燥引張強さ>

3グラムの手漉きシートを漂白パルプから作製した。以下に、SEFOSE（登録商標）の異なる添加レベルで湿潤および乾燥の引張強さが比較した。これらの手漉きシートでは、SEFOSE（登録商標）をいずれのコーティングにも乳化せず、それを単にパルプに混ぜ込み、他の化学的性質を加えることなく水切りしたことに留意されたい（表8を参照されたい。）。

【0152】

【表 8】

表 8. 湿潤/乾燥引張強さ

SEFOSE(登録商標) 負荷率	湿潤強さ (ポンド/インチ ²)	乾燥強さ (ポンド/インチ ²)
0%	0.29	9.69
0.5%	1.01	10.54
1%	1.45	11.13
5%	7.22	15.02

10

【0153】

湿潤強さについて5%の添加により、対照の乾燥強さをさほど下回らないことにも留意されたい。

【0154】

【実施例11】

<8つ未満の飽和脂肪酸を含有するエステルの使用>

20

8つ未満の脂肪酸がスクロース部分に結合して生成されたスクロースエステルを用いて、いくつかの実験を行った。SP50、SP10、SP01およびF20W (Sisterna, The Netherlands) の試料は、それぞれ50%、10%、1%、および本質的に0%のモノエステルを含有するものである。これらの市販の製品は、スクロースを飽和脂肪酸と反応させることによって作製され、これによってさらに架橋するのに有用でなくなり、または同様の化学的性質にとって有用でなくなるが、乳化および撥水特性を調査する際に有用なものであった。

【0155】

例えば、10gのSP01を、10%加熱PvOH溶液中で10gのグリオキサールと混合した。混合物を200°Fで5分間「加熱」し、漂白硬材クラフトから作製された多孔性原紙に引落しにより塗布した。結果は、良好な疎水性を示す、紙の表面上にある架橋ワックス系コーティングであった。最低限の3g/m²を塗布した場合、得られた接触角は100°より大きかった。グリオキサールは、OH基を有する化合物で使用される周知の晶析装置であるので、この方法は、スクロース環の残りのアルコール基を基材または他のコーティング材料において利用可能なアルコール基と結合させることによって、かなり非反応性のスクロースエステルを表面に付着させるのに有望な手段である。

30

【0156】

【実施例12】

<HSTデータおよび吸湿>

SEFOSE (登録商標) 単独で、防水特性が観察されることを明らかにするために、多孔性Twins River (Matawaska, ME) 原紙を様々な量のSEFOSE (登録商標) (および乳化し、引落しにより塗布するPvOHまたはEthylex 2025) で処理し、Herculesサイズ試験でアッセイした。表9に結果を示す。

40

【0157】

50

【表 9】

表 9. SEFOSE(登録商標)を用いた HST データ

HST(秒)	SEFOSE(登録商標)含浸量(g/m ²)	乳化剤(g/m ²)
<1	-	-
2.7	0g/m ²	2.7g/m ² PvOH
16.8	0g/m ²	4.5g/m ² Ethylex 2025
65	2.2g/m ²	2.3g/m ² Ethylex 2025
389.7	1.6g/m ²	1.6g/m ² PvOH
533	3.0g/m ²	4.0g/m ² PvOH
1480	5.0g/m ²	5.0g/m ² Ethylex 2025
2300+	5.0g/m ²	5.0g/m ² PvOH

10

【0158】

表 9 に示すように、紙の表面に塗布される SEFOSE（登録商標）の増加によって、（HST（単位秒）の増加によって示されるように）耐水性が高まった。

【0159】

20

これは、飽和スクロースエステル生成物のコーティングを使用しても見られた。この具体的な例として、F20W（Sisterna、The Netherlands から入手可能）という製品は、4～8 置換範囲の大部分の分子でモノエステル%が非常に低いと記載されている。F20W 製品を PvOH とともに、それぞれ等量部使用して、安定な乳濁液を作製したとき、F20W 製品の含浸量は、全コーティングの 50% に過ぎないことに留意されたい。このように、含浸量が「0.5 g/m²」と標識されている場合、同様の含浸量の PvOH も存在し、1.0 g/m² の全含浸量が得られた。表 10 に結果を示す。

【0160】

【表 10】

30

表 10. HST データ F20W

HST(秒)	Sisterna F20W 含浸量
<1	0
2.0	0.5g/m ²
17.8	1.7g/m ²
175.3	2.2g/m ²
438.8	3.5g/m ²
2412	4.1g/m ²

40

【0161】

表 10 に示すように、F20W の増加により、多孔性シートの耐水性が高まった。したがって、塗布されたスクロース脂肪酸エステル自体は、紙を耐水性にしている。

【0162】

耐水性は、単にセルロースとエステル結合を形成する脂肪酸の存在によるものではないため、軟材手漉きシート（漂白軟材クラフト）に SEFOSE（登録商標）を負荷し、パルプ中のセルロースとエステル結合を形成するオレイン酸をパルプに直接添加した。時間

50

0における質量は、105℃のオーブンから取り出された手漉きシートの「絶乾」質量を表す。試料を、RH50%で維持した調湿室に入れた。質量の変化を経時的に記録する（単位分）。表11および表12に結果を示す。

【0163】

【表11】

表 11. 吸湿 SEFOSE(登録商標)

時間 (分)	2% SEFOSE(登録商標)	30% SEFOSE(登録商標)	対照
0	3.859	4.099	3.877
1	3.896	4.128	3.911
3	3.912	4.169	3.95
5	3.961	4.195	3.978
10	4.01	4.256	4.032
15	4.039	4.276	4.054
30	4.06	4.316	4.092
60	4.068	4.334	4.102
180	4.069	4.336	4.115

10

【0164】

【表12】

表 12. 吸湿オレイン酸

時間 (時)	30% オレイン酸	50% オレイン酸	対照
0	4.018	4.014	4.356
0.5	4.067	4.052	4.48
2	4.117	4.077	4.609
3	4.128	4.08	4.631
5	4.136	4.081	4.647
21	4.142	4.083	4.661

20

30

【0165】

オレイン酸がパルプに直接添加され、エステル結合を形成する場合のここでの違いは、吸湿を大いに遅くすることに留意されたい。対照的に、わずか2%SEFOSE（登録商標）は吸湿を遅くし、より高い濃度では、SEFOSE（登録商標）は遅くしない。如何なる理論に拘泥されるものではないが、SEFOSE（登録商標）結合材料の構造は、単純な脂肪酸エステルおよびセルロースによって形成された構造だけで説明できるはずがない。

40

【0166】

〔実施例13〕

<飽和SFAE>

飽和エステルのクラスは、室温でワックス状固体であり、飽和しているため、試料マトリックスまたはそれ自体と反応しにくい。高温（例えば、少なくとも40℃、試験したもの全て、65℃超）で使用すると、これらの材料は溶融し、液体として塗布することができ、次いで冷却および固化し、疎水性コーティングを形成した。あるいは、これらの材料を固体の形で乳化し、水性コーティングとして塗布して、疎水性の特徴を付与できた。

【0167】

ここで示すデータは、様々な量の飽和SFAEでコーティングされた紙から得られたH

50

S T (H e r c u l e s サイズ試験) 読取値を表す。

【0168】

T u r n e r F a l l s 紙から得られた # 4 5 の漂白硬材クラフトシートを試験コーティングに使用した。ガーレー多孔度は、約 3 0 0 秒測定し、かなり緊密なベースシートを表す。M i t s u b i s h i F o o d s (日本) から得られた S - 3 7 0 を、コーティングする前にキサンタンガム (飽和 S F A E 配合物の質量の最大 1 %) と乳化した。

【0169】

飽和 S F A E 配合物のコート重量 (1 トン当たりポンド数) H S T (1 試料当たり 4 回測定の平均)。

【0170】

【表 13】

表 13

S-370 のコート重量 (1 トン当たりのポンド数)	HST (1 試料当たり 4 回の測定値の平均)
対照のみ #0	4 秒
#45	140 秒
#65	385 秒
#100	839 秒
#150	1044 秒
#200	1209 秒

【0171】

得られた実験データにより、限定された量の飽和 S F A E は、他の目的／用途に合わせて設計されたコーティングの耐水性を増強させることがあることも裏付けられた。例えば、飽和 S F A E を E t h y l e x デンプンおよびポリビニルアルコールベースのコーティングとブレンドすると、耐水性の増加がいずれの場合にも観察された。

【0172】

以下の実施例を、ガーレー多孔度が 1 8 秒である # 5 0 の漂白リササイクルベースにコーティングした。

【0173】

1 0 0 グラムの E t h y l e x 2 0 2 5 を固体 1 0 % (体積 1 リットル) で加熱し、1 0 グラムの S - 3 7 0 を熱いまま添加し、S i l v e r s o n ホモジナイザーを使用して混合した。一般的なベンチトップ型引落装置を使用して、得られたコーティングを塗布し、紙を加熱ランプ下で乾燥した。

【0174】

3 0 0 # / トンのコート重量で、デンプン単独は、平均 H S T が 4 8 0 秒であった。同様のコート重量のデンプンおよび飽和 S F A E の混合物では、H S T が 7 1 0 秒に増加した。

【0175】

十分なポリビニルアルコール (S e l v o l 2 0 5 S) を熱水に溶解して、1 0 % 溶液を形成した。この溶液を上記と同様の # 5 0 紙にコーティングすると、1 5 0 ポンド／トンのコート重量で平均 H S T が 2 2 5 であった。同様の溶液を使用して、S - 3 7 0 を添加すると、乾燥量基準で 9 0 % P V O H / 1 0 % S - 3 7 0 (すなわち、9 0 m l の水、9 グラムの P v O H、1 グラムの S - 3 7 0) を含有する混合物が形成された。平均 H S T は、3 8 0 秒に増加した。

【0176】

飽和 S F A E は、プロラミン (具体的には、ゼイン；引用によりその全てが本明細書の一部をなすものとする、米国特許第 7 7 3 7 2 0 0 号明細書を参照されたい。) と相溶性

がある。前記特許の主題事項の商業生産に対する主な障壁の1つは、配合物が水溶性であることなので、飽和SFAEの添加は、このような形で役に立つ。

【0177】

〔実施例14〕

<他の飽和SFAE>

飽和SFAEベースのコーティングのサイズプレス評価を、サイジングがなく、形成が比較的不十分である漂白軽量シート（約35#）で行った。加熱して、飽和SFAEを乳化したExcaval HR 3010 PVOHを使用して、全ての評価を行った。十分な飽和SFAEを添加して、全固体の20%を占めた。S-370対C-1800の試料（Mitsubishi Foods（日本）から入手可能）を評価することに焦点を当てた。これらのエステル両方は、対照よりうまく行われた。表14に重要なデータの一部を示す。

【0178】

【表14】

表 14

	平均 HST	キット値
10%ポリビニルアルコール単独	38 秒	2
PVOH と S-370	85 秒	3
PVOH と C-1800	82 秒	5

【0179】

飽和化合物は、キットの増加をもたらすように見え、S-370とC-1800は両方とも、HSTの増加が約100%であることに留意されたい。

【0180】

〔実施例15〕

<湿潤強さ添加剤>

実験室での試験により、スクロースエステルの化学的性質を、湿潤強さ添加剤として使用することを含めて様々な特性を達成するように調節できることがわかった。飽和基をスクロース（または他のポリオール）の各アルコール官能基に結合させることによって、スクロースエステルが作製されると、結果は、水に対して低混和性／溶解性である疎水性ワックス状物質である。これらの化合物をセルロース系材料に添加して、内部からまたはコーティングとして耐水性を付与できるものの、それらは、相互でも、試料マトリックスのいずれの部分とも化学的に反応しないので、溶媒、熱および圧力によって除去されやすい。

【0181】

防水性およびより高いレベルの耐水性が望ましい場合、マトリックスにスクロースエステルを固定し、それに物理的手段による除去に高耐性をもたせる助けとなる酸化および／または架橋を達成することを目的として、不飽和官能基を含むスクロースエステルが作製され、セルロース系材料に添加されることがある。スクロースエステルの不飽和基の数およびサイズを調節することにより、耐水性を付与するのに最適ではない分子だがそれを用いて強度を付与するために架橋する手段が得られた。

【0182】

ここに示すデータは、SEFOSE（登録商標）を漂白クラフトシートに様々なレベルで添加し、湿潤引張データを得ることによって取り出された。表中に示す百分率は、処理された70#の漂白紙のスクロースエステル（%）を表す（表15を参照されたい。）。

【0183】

10

20

30

40

50

【表 15】

表 15

SEFOSE(登録商標)(%)	負荷	歪み/モジュラス
0%	4.98	0.93/89.04
1%	5.12	1.88/150.22
5%	8.70	0.99/345.93
10%	10.54	1.25/356.99
乾燥/未処理	22.67	

10

【0184】

データは、不飽和スクロースエステルを紙に添加すると、負荷レベルが増加するにつれて、湿潤強さが増加する傾向を示している。乾燥引張は、シートの最大強度を基準点として示す。

【0185】

【実施例 16】

＜酸塩化物を使用して、スクロースエステルを生成する方法＞

エステル交換を介して疎水性スクロースエステルを作製することに加えて、酸塩化物を、スクロースに類似した環構造を含むポリオールと直接反応させることによって、繊維物品において同様の疎水性を達成できた。

20

【0186】

例えば、200グラムの塩化パルミトイル（CAS 112-67-4）を50グラムのスクロースと混合し、室温で混合した。混合した後、混合物を100°Fにし、その温度で終夜維持した（周囲圧力）。得られた材料をアセトンおよび脱イオン水で洗浄して、いずれの未反応または親水性の材料も除去した。C-13 NMRを使用して、残っている材料を分析すると、相当量の疎水性スクロースエステルが作製されたことがわかった。

【0187】

脂肪酸塩化物をセルロース系材料に添加すれば、疎水性を付与できることが示されてきたが（BT3および他）、反応自体は、放出された副生物のガス状HClが、周囲の材料の腐食を含めていくつかの問題をもたらし、労働者および周囲の環境に対して有害であるので、現場で望ましくない。塩酸の発生によりもたらされる1つの追加的な問題は、多く形成されるにつれて、すなわち多くのポリオール部位が反応するにつれて、繊維組成物が弱くなることである。塩化パルミトイルを、セルロースおよび綿材料とそれらの量を増加させながら、反応させた。疎水性が高まるにつれて物品の強度が低下した。

30

【0188】

トウモロコシデンプン、カバノキ由来のキシラン、カルボキシメチルセルロース、グルコースおよび抽出ヘミセルロースを含め、他の同様のポリオールのそれぞれ50グラムと反応させた200グラムのR-CO-クロリドを使用して、上記反応を数回繰り返した。

【0189】

【実施例 17】

＜SFAE-リグニンおよびSFAE-ヘミセルロースの組合せ＞

ヘミセルロースは、サトウキビバガスから得られた。バガス：NaOH溶媒1：5の比で抽出した。濾過した後、上清をHClでpH5.5に調節した。次いで懸濁液を濾過し、次いで上清を4体積のエタノールに添加して、ペレットを得た。その後、ペレットを50°Cで乾燥させた。

40

【0190】

様々な濃度のヘミセルロースをdH₂Oで調製した。SFAEを水性乳濁液としてヘミセルロース溶液に添加し、電磁攪拌機を使用して45°Cで15分間混合した。次いでヘミセルロースおよびSFAE溶液を基材に塗布し、乾燥させた。次いで乾燥させた紙はすぐに分析できる状態であった（例えば、水接触角、透湿性、O₂透過性）。

50

【0191】

(成型紙カップ蓋)

A) リグニンでコーティングされた繊維

リグニンセルロース繊維は、米国特許第20150233057号明細書（引用によりその全てが本明細書の一部をなすものとする）に記載の方法によって得ることができ、懸濁液として分離できる。

【0192】

リグニン繊維をSFAEの水性乳濁液と混合して、複合材料を形成した。セルロース繊維およびSFAEの懸濁液を折畳み式シート（マイクロエンボス加工またはFIBREFORM（登録商標））に塗布し、周囲温度（23℃）で120分間以上乾燥させて、カップ蓋の金型内に置いた。

10

【0193】

得られた成型複合材料について、酸素透過性および透湿性を測定した。成型複合材料は、加熱温度に維持した恒温槽に30分間さらに保持し、周囲温度（23℃）で2時間以上冷却して、処理した成型複合材料が得られた。

【0194】

B) ヘミセルロース成型カップ

セルロース繊維は、米国特許第20110262731号明細書（引用によりその全てが本明細書の一部をなすものとする）に記載の方法によって得られ、懸濁液として分離できた。

20

【0195】

ヘミセルロースを分離し、上記のSFAEと組合せた。

【0196】

セルロース繊維をヘミセルロース-SFAE溶液と混合して、複合材料を形成した。セルロース繊維およびヘミセルロースSFAEの懸濁液を折畳み式シート（マイクロエンボス加工またはFIBREFORM（登録商標））に塗布し、周囲温度（23℃）で120分間以上乾燥させて、カップ蓋の金型内に置いた。

【0197】

得られた成型複合材料について、酸素透過性および透湿性を測定した。成型複合材料は、加熱温度に維持した恒温槽に30分間さらに保持し、周囲温度（23℃）で2時間以上冷却して、処理した成型複合材料が得られた。

30

【0198】

[実施例18]

<他の使用>

カップベースストックは、ロジンで濃密に処理すると、耐水性が増加することが見出された。しかし、この板紙に関するガーレーは、50秒であることが見出され、かなり多孔性の高い板紙を示している。この材料は、再パルプ化可能であり、水蒸気が急速に浸透し、材料を軟化させる。純粋なSEFOSE（登録商標）をこの板紙に塗布し、100℃のオーブン中で終夜乾燥した。得られた材料は、プラスチック様の感触をもち、完全に防水性であった。質量では、50%（wt/wt）セルロース／50%（wt/wt）SEFOSE（登録商標）であった。ガーレーは、高過ぎて測定できなかった。試料を7日間水中に入れることで、材料を著しく軟化させることはなかったが、グリーンハウスデータから、およそ150日間で生分解すると考えられる。一般のテープおよび糊は、この複合材料に粘着しない。

40

【0199】

ゼインが紙に耐グリース性を付与することが示されているため、飽和SFAEおよびゼインを用いた実験を実行した。飽和SFAEを2～5%添加したゼインの安定な水性分散体（水中で最大25%）を生成した。観察により、飽和SFAEが、配合物に耐水性（さらに耐グリース性）を付与することにより、ゼインを紙上に「封鎖（locks down）」することが実証された。

50

【0200】

上記の実施例を参照しながら、本発明を説明してきたが、修正および変形が本発明の趣旨および範囲内に包含されることが理解されよう。本発明は、以下の特許請求の範囲によってのみ限定される。本明細書に記載の参考文献は、各々引用することによって、その全てが本明細書の一部をなすものとする。

【図面】

【図1】

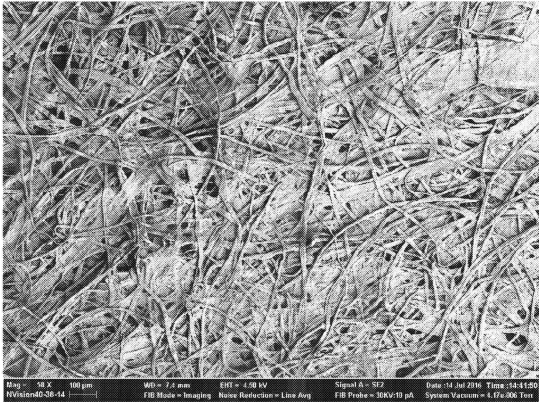


FIG. 1

【図2】

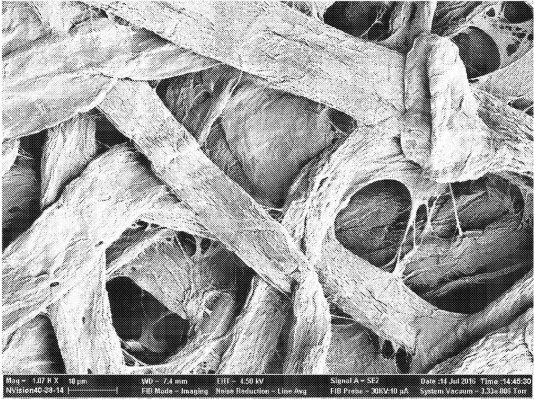


FIG. 2

【図 3】

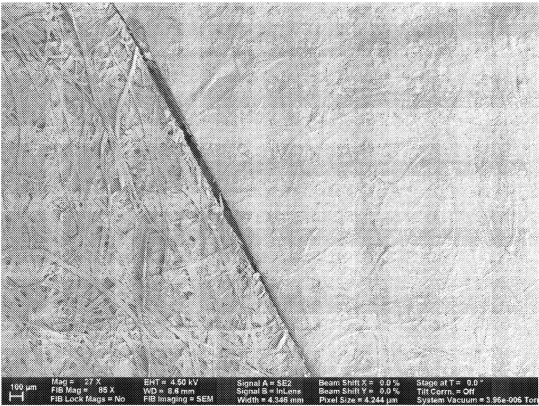


FIG. 3

【図 4】

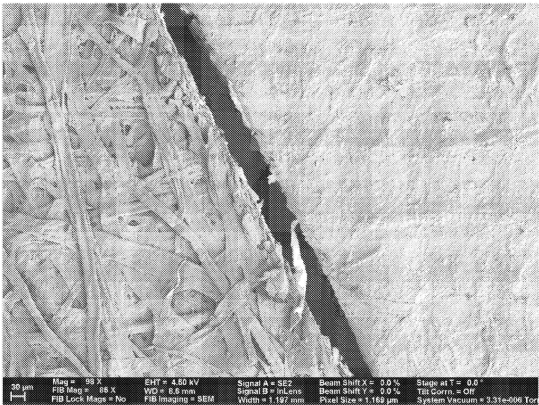


FIG. 4

【図 5】

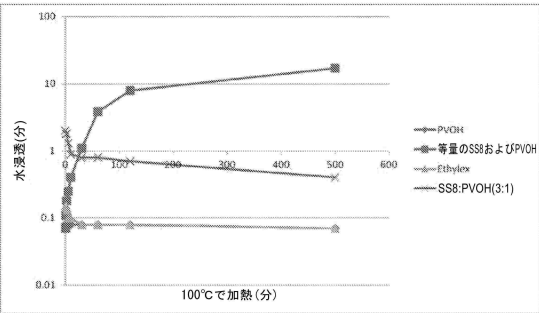


FIG. 5

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類

D 2 1 H 17/25 (2006.01)
D 2 1 H 19/34 (2006.01)

F I

C 0 8 B 37/14
C 0 9 D 101/08
D 2 1 H 17/25
D 2 1 H 19/34

(74)代理人 100166268

弁理士 田中 祐

(74)代理人 100180231

弁理士 水島 亜希子

(74)代理人

有原 幸一

(72)発明者 ビロドウ, マイケル・アルバート

シンガポール共和国, シンガポール, ワン・ラッフルズ・プレイス, タワー 2, # 2 0 - 6 1 ,
グリーンテック・グローバル・プライベート・リミテッド気付

(72)発明者 ミハイル, サミュエル

シンガポール共和国, シンガポール, ワン・ラッフルズ・プレイス, タワー 2, # 2 0 - 6 1 ,
グリーンテック・グローバル・プライベート・リミテッド気付

審査官 松村 駿一

(56)参考文献 国際公開第 2 0 1 4 / 1 2 5 1 7 2 (WO, A 1)

特開平 0 2 - 2 7 6 8 0 1 (JP, A)

特開 2 0 1 5 - 2 3 2 1 9 1 (JP, A)

特開 2 0 1 1 - 1 1 1 7 0 3 (JP, A)

特開昭 5 1 - 1 3 3 5 1 2 (JP, A)

特開平 1 1 - 2 9 2 1 5 7 (JP, A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C 0 8 L 1 / 0 2**B 0 5 D 7 / 0 0****C 0 8 B 3 / 1 0****C 0 8 B 3 7 / 1 4****C 0 9 D 1 0 1 / 0 8****D 2 1 H 1 7 / 2 5****D 2 1 H 1 9 / 3 4****J S T P l u s / J M E D P l u s / J S T 7 5 8 0 (J D r e a m I I I)**