(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0024871
(43) 공개일자 2009년03월10일

(51) Int. Cl.
C08J 5/18 (2006.01) *C08L 1/02* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2007-0089772
(22) 출원일자 2007년09월05일
심사청구일자 2007년09월05일

(71) 출원인
조선대학교산학협력단
광주광역시 동구 서석동 375, 조선대학교 산학기획팀
(72) 발명자
이인화
광주 서구 풍암동 금호1차아파트 104-903
박주영
광주 서구 쌍촌동 명지아파트 101동 197호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
박태우, 김동규

전체 청구항 수 : 총 3 항

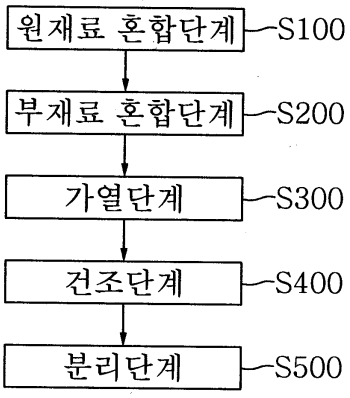
(54) 향기물질을 함유한 생분해성 셀룰로오스 필름의 제조방법

(57) 요 약

본 발명은 천연향기물질을 함유한 생분해성 셀룰로오스 필름의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 향기를 일정시간 지속적으로 방출하는 생분해성 필름 또는 항균성 천연향기를 함유한 생분해성 셀룰로오스 필름의 포장재 제조방법에 관한 것이다.

본 발명은 에탄올 100중량부에 셀룰로오스 점도 15, 400, 1500 센티포아즈(mg/mm. sec)의 3~10중량부를 혼합하여 10~20분동안 교반하는 원재료 혼합단계와; 상기 단계를 거친 후 상기 에탄올 대비 가소제 1~5중량부를 혼합하여 10~20분동안 교반한 후 필름의 급속한 건조의 방지와 인장력의 증가를 위한 증류수 40~60중량부를 첨가하여 10~20분동안 교반하는 부재료 혼합단계와; 상기 단계를 거친 후 75~85℃의 중탕에서 10~20분동안 가열하는 가열단계와; 상기 단계를 거친 후 표면이 고른 모판에 골고루 부은 다음 건조기에서 35~45℃의 온도로 10~14시간동안 건조시키는 건조단계와; 상기 단계를 거친 후 건조된 필름을 분리하는 단계로 이루어진 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

김맹수

광주 광산구 신창동 신창5차호반베르디움아파트 509-903

한성우

광주 남구 서2동 31-8

송진영

광주 남구 진월동 삼익세라믹 105동 308호

유창훈

광주 남구 봉선1동 라인하이츠아파트 103동 206호

특허청구의 범위

청구항 1

에탄올 100중량부에 셀룰로오스 3~10중량부를 혼합하여 10~20분동안 교반하는 원재료 혼합단계와;

상기 단계를 거친 후 상기 에탄올 대비 가소제 1~5중량부를 혼합하여 10~20분동안 교반한 후 증류수 40~60중량부를 첨가하여 10~20분동안 교반하는 부재료 혼합단계와;

상기 단계를 거친 후 75~85℃의 중탕에서 10~20분동안 가열하는 가열단계와;

상기 단계를 거친 후 표면이 고른 모판에 골고루 부은 다음 건조기에서 35~45℃의 온도로 10~14시간동안 건조시키는 건조단계와;

상기 단계를 거친 후 모판에서 건조된 필름을 떼어내어 분리시키는 분리단계로 이루어진 것을 특징으로 하는 셀룰로오스 필름의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 가열단계를 거쳐 가열된 필름조성물에 방향성을 갖는 향기물질 0.1~10중량부를 첨가한 후 건조시키도록 하여 완성된 필름으로부터 향기가 방출되게 한 것을 특징으로 하는 셀룰로오스 필름의 제조방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 부재료 혼합단계를 거친 후 교반된 필름조성물에 항균물질 0.1~10중량부를 첨가한 다음 상기 가열단계를 거치도록 하여 완성된 필름에 항균성을 부여하는 것을 특징으로 하는 셀룰로오스 필름의 제조방법.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기 술 분 야

<1> 본 발명은 향기물질를 함유한 생분해성 셀룰로오스 필름의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 향기를 일정시간 지속적으로 방출하는 생분해성 필름을 제조함과 아울러 이를 응용한 포장재 또는 항균성 천연향기를 함유한 셀룰로오스 필름 포장재 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

<2> 산업사회의 생산품이 다양화되고, 상품의 보존 및 유통과 소비자의 선호도에 따라 필름의 제조기술은 제품의 질을 좌우하는 중요한 인자로 대두되고 있으며, 이에 따른 필름 제조기술의 개발은 국가경쟁력의 중요한 사안으로 인식되고 있다.

<3> 특히 식품, 화장품 등 포장이 중요시되어 오던 분야 뿐만 아니라 바이오산업의 확대에 따른 의약품의 포장, 반도체 산업에서 제품의 보호를 위한 패킹형 포장에 이르기까지 포장 재료에 대한 기술적인 요구는 매우 세분화되고 고도의 기능성을 요구하고 있는 실정임에도 불구하고 현재의 포장기술은 이에 대한 수요를 충족시키지 못하는 상황이다.

<4> 따라서, 이러한 요구에 부응하고 상품의 질을 제고하기 위해서는 필연적으로 기능성 필름 재료의 개발이 요구되고 있으며, 이에 따른 첨단기술을 접목한 기능성 필름의 개발이 시급한 실정이다.

<5> 상기한 기능성 필름은 최근 들어 항균성 필름, 분해성 필름 등 다양한 필름으로 개발되고 있다. 향기방출성 항균필름은 천연 또는 인공향을 필름에 담지하여 향기를 서서히 방출하는 기술에 관한 것이며, 더욱 바람직하게는 향기물질을 항균성으로 선택하여 담지하면 항균효과를 얻을 수 있다. 상기 항균성 향기물질은 로즈마리, 타임, 라벤더 등의 에센셜 오일이 주종을 이루고 있다.

<6> 상기 항균성 필름(antimicrobial film)은 항균물질을 포장재로부터 식품표면으로 서서히 방출시키도록 하여 이

같은 미생물에 의한 식품의 표면오염을 막아 최종적으로 식품의 저장수명(shelf-life)을 연장하게 된다. 상기 항균물질은 일반적으로 식품보존제가 사용되는데 이러한 식품보존제는 포장재 속에 물리적으로 혼합되거나 화학적으로 결합되어 있다가 포장 후 저장중에 그 항균능력을 발휘하게 된다. 또는 향기방출 효과를 응용하여 제품의 포장재에 향기물질을 담지시켜 제품의 향기를 외부에서도 확인 가능하도록 한다.

<7> 상기 식품보존제로서 항균물질로는 에탄올, 기타 알코올류, 소르빈산류(sorbates), 벤젠산류(benzoates), 프로피온산류(propionate), 항세균물질(bacteriocins), 황산화물(sulphur)이 있으며, 주로 식품에 첨가하는 형태로 사용되고 있다. 따라서 소비자는 식품과 함께 항균 물질을 섭취해야하는 단점이 있음에 따라 식품을 보존하기 위한 포장재가 항균성을 가지게 되면 식품에 첨가되는 보존제의 양을 줄이거나 궁극적으로 첨가하지 않도록 할 수 있게 된다.

<8> 그러나 상기한 종래의 항균성 필름은 항균성에 대한 검증이 미비하고, 제조비용의 증가로 일반 포장재로서의 비용이 높아짐에 따라 구입에 따른 부담이 커지게 되는 단점이 있다.

<9> 상기 분해성 필름은 일반적으로 분해유발원에 따라 광분해성(photodegradation), 물분해성(hydordegradation) 또는 생분해성(biodegradation) 등으로 구분되고, 생분해성 필름은 제조방법 및 제조원료에 따라 항성필름 및 천연고분자 필름 등으로 나누어 진다.

<10> 상기 항성필름은 용융점이 낮고 가격이 고가이며, 더욱이 불균일적으로 혼합되어 낮은 강도를 갖음으로써 소비자로 하여금 신뢰도가 낮은 단점이 있다.

<11> 따라서, 필름의 성능을 저하시키지 않는 상태에서 사용분야에 따라 각각 두께와 강도 조절이 가능한 필름을 제조함과 아울러 가격이 싸고 강도가 높으며 가공이 용이한 생분해성 천연고분자 필름을 제조하도록 하며, 더욱 바람직하게는 인체에 무해한 섭취가능한 필름의 제조기술을 개발하는 것이 요구되고 있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

<12> 본 발명은 상기한 문제점을 해결하기 위하여 창안된 것으로, 본 발명의 목적은 향기물질을 일정하게 방출하는 필름을 제조하여 향기테그 형태로 화장품 또는 샴푸 용기 외부에 부착함으로써 외부에서도 제품의 향을 확인할 수 있는 필름을 생산함과 아울러 소비자로 하여금 제품의 신뢰성을 높이도록 하는 데 있다. 또한 천연 또는 인공 향기물질이 항균성을 갖도록 하여 인체에 무해한 항균력을 갖도록 한 생분해성 셀룰로오스 필름 포장제의 제조방법을 제공하는 데 있다.

과제 해결수단

<13> 상기한 목적을 달성하기 위한 본 발명은 에탄올 100중량부에 셀룰로오스 점도 15, 400, 1500센티포와즈(mg/mm.sec) 3~10중량부를 혼합하여 10~20분동안 교반하는 원재료 혼합단계와; 상기 단계를 거친 후 상기 에탄올 대비 가소제 1~5중량부를 혼합하여 10~20분동안 교반한 후 증류수 40~60중량부를 첨가하여 10~20분동안 교반하는 부재료 혼합단계와; 상기 단계를 거친 후 75~85℃의 중탕에서 10~20분동안 가열하는 가열단계와; 상기 단계를 거친 후 표면이 고른 모판에 골고루 부은 다음 건조기에서 35~45℃의 온도로 10~14시간동안 건조시키는 건조단계와; 상기 단계를 거친 후 모판에서 건조된 필름을 떼어내어 분리시키는 분리단계로 이루어진 것을 특징으로 한다.

<14> 여기서, 상기 가열단계를 거쳐 가열된 필름조성물에 방향성을 갖는 향기물질(타임외 천연향기물질) 0.1~10중량부를 첨가한 후 건조시키도록 하여 완성된 필름으로부터 향기가 방출되게 한 것이 바람직하다.

<15> 또한, 상기 부재료 혼합단계를 거친 후 교반된 필름조성물에 천연 항균물질 0.1~10중량부를 첨가한 다음 상기 가열단계를 거치도록 하여 완성된 필름에 항균성을 부여하는 것이 바람직하다.

효 과

<16> 상기와 같은 본 발명에 따르면, 환경친화적인 생분해성 필름을 제조하여 고기능성의 제품을 생산함과 아울러 소비자로 하여금 신뢰성을 높이도록 하고, 다양한 제품의 보존, 유통에 따른 수요를 충족시키도록 하여 경쟁력을 높이도록 하며, 특히 지속적인 향기를 갖도록 함과 아울러 필름 자체가 분해성과 인체에 무해한 항균력을 갖도록 할 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

<17> 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 향기물질을 함유한 생분해성 셀룰로오스 필름의 제조방법을 상세히 설명한다.

<18> 도 1은 본 발명에 의한 셀룰로오스 필름의 제조과정을 보인 공정도이고, 도 2는 본 발명에 의해 제조된 필름의 실물사진이며, 도 3은 본 발명에 의한 향기물질로 로즈마리를 첨가한 경우의 향기의 지속도를 보인 개략적인 그래프이고, 도 4a 내지 도 4j는 본 발명에 의한 향기물질의 첨가여부 및 종류에 따른 항균력을 알아보기 위한 현미경사진이며, 도 5a 내지 도 5d는 본 발명에 의한 암피실린의 첨가여부에 따른 메틸 셀룰로오스의 항균력을 알아보기 위한 현미경사진이다.

<19> 상기 도 1 내지 도 2에 도시된 바와 같이, 본 발명에 의한 셀룰로오스 필름의 제조방법은 에탄올과 셀룰로오스를 혼합하는 원재료 혼합단계(S100)와, 상기 원재료에 부재료로 가소제와 증류수를 첨가하는 부재료 혼합단계(S200)와, 가열단계(S300)와, 건조단계(S400), 분리단계(S500)로 이루어진다.

<20> 상기 원재료 혼합단계(S100)에서는 95%의 에탄올 100중량부에 점도 400을 갖는 셀룰로오스 3~10중량부를 혼합한 후 10~20분동안 교반하게 된다. 상기 셀룰로오스는 지구상에 존재하는 가장 풍부한 천연고분자 물질로서, 주로 목재나 목화의 주성분을 이루고 있으며, 재생성과 생분해성이 우수하기 때문에 텍스타일, 종이, 식품가공, 건축자재, 의학 등 여러 분야에서 이용되고 있다.

<21> 상기 셀룰로오스는 글루코오스($C_6H_{10}O_5$)를 반복단위로 하여 이루어진 결정성이 큰 선형의 축합고분자로, 말단의 OH 그룹사이의 수소결합으로 인하여 단단한 고분자 사슬로 이루어져 있기 때문에 일반 유기용매에 잘 녹지 않으며, 이에 따라 -OH 그룹을 아세틸화 또는 에테르화 반응에 의해 치환하면 다양한 유도체를 얻을 수 있다.

<22> 상기의 유도체들에는 셀룰로오스 나이트레이트(CN), 셀룰로오스 아세테이트(CA), 셀룰로오스 디아세테이트(CDA), 셀룰로오스프로피오네이트(CAP), 메틸 셀룰로오스(MC), 에틸 셀룰로오스(EC) 등이 있으며, 상기 셀룰로오스 유도체는 본래의 셀룰로오스가 갖지 못하는 용융온도와 일반적인 용매와의 친화성을 가지고 있다.

<23> 상기 부재료 혼합단계(S200)에서 가소제로 폴리에틴렌 글리콜(Polyethylene Glycol)을 상기 에탄올 대비 1~5중량부 혼합한 후 10~20분 동안 균일하게 교반하게 된다.

<24> 이 후, 상기 증류수를 상기 에탄올 대비 40~60중량부를 첨가하여 10~20분동안 교반한다. 이때 상기 가소제와 증류수의 첨가 후 교반시간은 첨가되는 양에 따라 또는 전체 중량에 따라 상이할 수 있음은 당업자라면 자명한 사항이다.

<25> 상기 가열단계(S300)에서는 상기 원재료와 부재료가 혼합된 필름조성물을 75~85℃의 중탕에서 10~20분동안 가열하게 되고, 상기 건조단계(S400)에서는 가열된 필름조성물을 표면이 고른 모판에 40~50° 의 경사를 갖도록 조금씩 고루 부은 다음 건조기에서 35~45℃의 온도로 10~14시간 동안 건조시킨다.

<26> 여기서, 상기 필름조성물을 모판에 붓는 경우 셀룰로오스 점도, PEG와 증류수의 양에 따라 두께와 강도 및 투명도가 상이하도록 할 수 있다.

<27> 상기 모판을 건조시킨 후에는 상기 모판에서 건조된 필름을 떼어내어 분리시키면 된다.

<28> 한편, 상기한 셀룰로오스 필름에 향기를 첨가하고자 하는 경우에는 상기 가열단계(S300)를 거친 후 가열된 필름조성물에 방향성을 갖는 향기물질 0.1~10중량부를 첨가한 다음 건조시키도록 하여 완성된 필름으로부터 향기가 방출되게 할 수 있으며, 도 3에서와 같이 로즈마리를 첨가한 경우를 보면 시간이 흐름에 따라 로즈마리의 농도가 큰 변화없이 지속적으로 유지됨을 알 수 있다.

<29> 또한, 도 4a 내지 도 4j에서와 같은 향기물질의 항균력 실험을 보면, 도 4a의 향기물질이 첨가되지 않은 순수필름에 비해 도 4b 내지 도 4j의 향기물질이 첨가된 필름의 항생력이 높음을 증식저지환(clean zone)의 유무로 알 수 있으며, 여러 향기물질 중 타임(Thyme)이 가장 높은 항균작용을 나타남을 알 수 있다.

<30> 상기한 향기물질의 항균력 실험에서는 세균을 36℃에서 1~2일 배양한 후 이 균의 액을 배지 1㎖당 1×106 cell이 포함되도록 접종하여 현탁하였다. 그리고 이 균체를 도말한 soft agar를 충분히 건조시킨 후 paper disc를 무균 조작 (Autoclave 121℃, 15min)에 의해 안착시켰고, 그 위에 각종 추출물 용액을 100㎕씩 주입하여 도말한 균체의 최적 생육온도에서 24시간 배양한 후 증식저지환 (clean zone)의 유무로 그 활성을 검색하였으며, 디스크확산법(disc diffusion test)을 통하여 증식저지환의 유무로 그 활성의 측정하였고, 측정시 비디오 현미경

(camsoope, sometech Ine, Korea)을 통하여 증식저지환(clean zoon)의 크기를 측정하였다.

<31> 한편, 상기한 셀룰로오스 필름이 항균력을 갖도록 하는 경우에는 상기 부재료 혼합단계(S200)를 거친 후 교반된 필름조성물에 천연 또는 인공 항균물질 0.1~10중량부를 첨가한 다음 상기 가열단계(S300)를 거치도록 하여 완성된 필름에 항균성을 부여할 수 있으며, 도 5a 내지 도 5d에서와 같이 암피실린의 첨가여부에 따른 셀룰로오스 필름의 항생력 즉, 합성 항균물질이 첨가된 상태에서의 디스크확산법을 통한 식품부패균(Staphylococcus Aureus)의 상태를 보면, 도 5a의 항균물질이 첨가되지 않은 순수 필름에 비해 도 5b 내지 도 5d의 항균물질이 첨가된 순수필름의 항생력이 높음을 알 수 있으며, 첨가되는 양이 증가할수록 그 직경이 커지는 것을 보면 항생력이 높아짐을 알 수 있다.

<32> 따라서, 다양한 상품의 포장시 향기를 방출하도록 하여 포장재로서의 수요를 증가시키도록 함과 아울러 항균성을 갖도록 하여 상품의 오염을 방지하도록 할 수 있게 됨으로써 고품질의 필름을 제조할 수 있게 되며, 셀룰로오스에 의한 환경친화적인 필름을 제조할 수 있게 된다.

도면의 간단한 설명

<33> 도 1은 본 발명에 의한 셀룰로오스 필름의 제조과정을 보인 공정도,

<34> 도 2는 본 발명에 의해 제조된 필름의 실물사진,

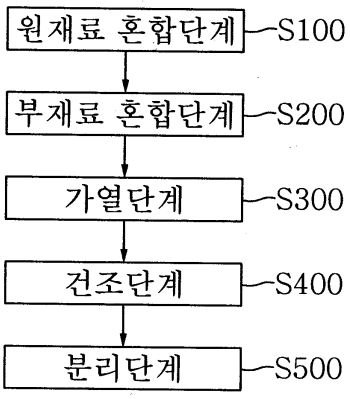
<35> 도 3은 본 발명에 의한 향기물질로 로즈마리를 첨가한 경우의 향기의 지속도를 보인 개략적인 그래프,

<36> 도 4a 내지 도 4j는 본 발명에 의한 향기물질의 첨가여부 및 종류에 따른 항균력을 알아보기 위한 현미경사진,

<37> 도 5a 내지 도 5d는 본 발명에 의한 암피실린의 첨가여부에 따른 메틸 셀룰로오스의 항균력을 알아보기 위한 현미경사진.

도면

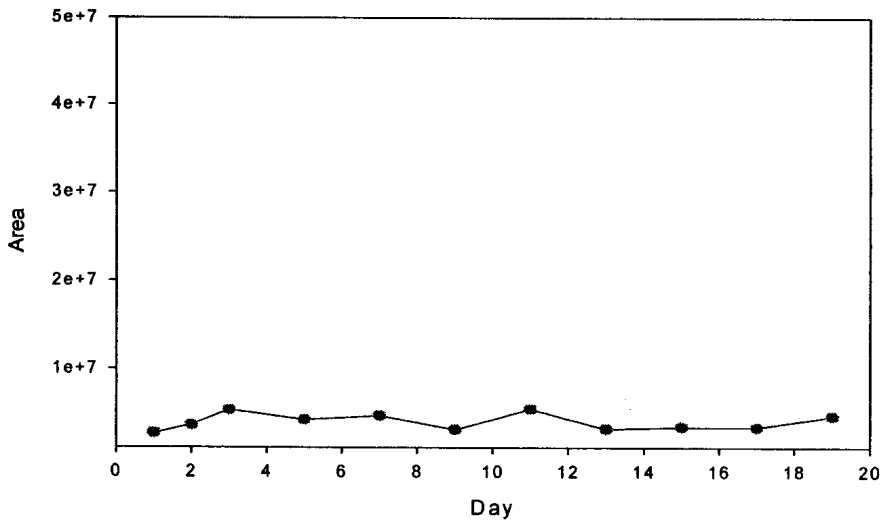
도면1



도면2



도면3



도면4a



control
(직경: 8mm)

도면4b



Rosemary
(직경: 14.535mm)

도면4c



Marjoram
(직경: 14.377mm)

도면4d



Jasmine
(직경: 9.66mm)

도면4e



Peppermint
(직경: 13.197mm)

도면4f



Camphor
(직경: 15.533mm)

도면4g



Sass afras
(직경: 16.550mm)

도면4h



Lavender
(직경: 14.745mm)

도면4i



Thyme
(직경: 26.734mm)

도면4j



Pine
(직경: 12.993mm)

도면5a



순수필름

도면5b



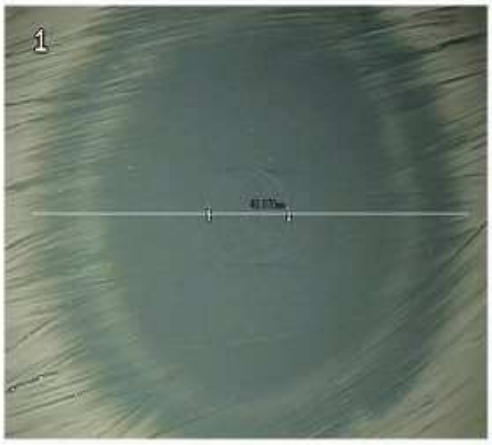
Ampicillin 0.1wt% 첨가

도면5c



Ampicillin 0.5wt% 첨가

도면5d



Ampicillin 1wt% 첨가