



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년07월27일  
(11) 등록번호 10-2280739  
(24) 등록일자 2021년07월16일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C09J 4/00 (2006.01) C09J 11/08 (2006.01)  
C09J 7/20 (2018.01)
- (52) CPC특허분류  
C09J 4/00 (2013.01)  
C09J 11/08 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2019-0105284
- (22) 출원일자 2019년08월27일  
심사청구일자 2019년09월17일
- (65) 공개번호 10-2020-0026102
- (43) 공개일자 2020년03월10일
- (30) 우선권주장  
1020180104012 2018년08월31일 대한민국(KR)
- (56) 선행기술조사문헌  
JP2014105331 A\*  
KR1020130046842 A\*  
KR1020150142148 A  
WO2017165302 A1  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자  
씨제이제일제당 주식회사  
서울특별시 중구 동호로 330 (쌍림동)  
서울대학교 산학협력단  
서울특별시 관악구 관악로 1 (신림동)
- (72) 발명자  
문보라  
경기도 화성시 동탄대로12길 17, 1805동 1904호(오산동, 반도유보라 아이비파크 3)  
황지호  
서울특별시 마포구 신수로 107, 104동 102호(신수동, 신촌삼익아파트)  
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인  
리엔목록특허법인

전체 청구항 수 : 총 11 항

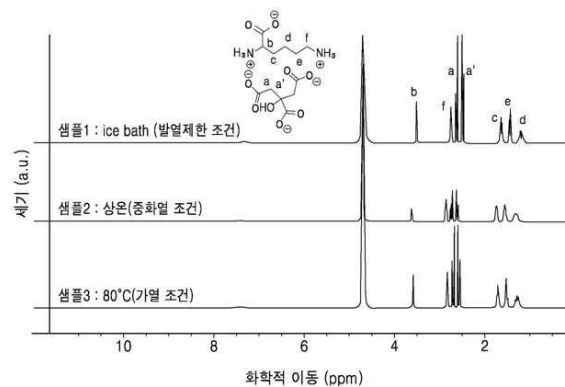
심사관 : 박정경

(54) 발명의 명칭 라벨용 점착 조성물, 이의 제조 방법, 이를 포함하는 점착 시트 및 물품

(57) 요약

본 발명은, 라이신과 시트르산의 염(salt) 및 키토산을 포함하는 라벨용 점착 조성물, 이의 제조 방법, 이를 포함하는 점착 시트 및 물품을 제공한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

*C09J 7/20* (2018.01)

*C09J 2203/334* (2020.08)

(72) 발명자

**나경수**

경기도 수원시 권선구 동수원로145번길 23, 407동  
1304호(권선동, 수원아이파크시티4단지)

**문상권**

서울특별시 마포구 신수로 81, 201동 407호(  
신수동, 마포경남아너스빌)

**양영렬**

서울특별시 강남구 언주로 110, 1동 702호(개포동,  
경남아파트)

**김현중**

서울특별시 관악구 남부순환로 1811, 신원메트로빌  
동 1405호(봉천동)

**백중호**

울산광역시 울주군 삼남읍 도호1길 39-11, 102동  
1004호(금아드림팰리스)

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

라이신과 시트르산의 염(salt) 및 키토산을 포함하는 라벨용 점착 조성물.

#### 청구항 2

제1 항에 있어서, 상기 라이신과 시트르산의 혼합 몰비는 1:1 내지 1:7 인 라벨용 점착 조성물.

#### 청구항 3

제1 항에 있어서, 상기 라이신과 시트르산의 염(salt)의 함량은 라벨용 점착 조성물 100 중량부를 기준으로 1 내지 70 중량부인 라벨용 점착 조성물.

#### 청구항 4

제1 항에 있어서, 상기 키토산 함량은 라벨용 점착 조성물 100 중량부를 기준으로 1 내지 8 중량부인 라벨용 점착 조성물.

#### 청구항 5

제1 항에 있어서, 상기 라벨용 점착 조성물의 점도가 20,000 mPa·s 이상인 라벨용 점착 조성물.

#### 청구항 6

제1 항에 있어서, 상기 라벨용 점착 조성물의 초기 점착력이 3.0 mJ 이상인 라벨용 점착 조성물.

#### 청구항 7

제1 항에 있어서, 상기 라벨용 점착 조성물은 -18℃ 내지 45℃ 에서 14일 이상 보관하는 동안 침전이 형성되지 않는 라벨용 점착 조성물.

#### 청구항 8

라이신, 시트르산, 키토산 및 물을 혼합하는 단계; 및

상기 혼합물을 80℃ 이하에서 교반하는 단계;를 포함하는 라벨용 점착 조성물 제조 방법.

#### 청구항 9

제8 항에 있어서, 상기 라이신과 시트르산의 혼합몰비가 1:1 내지 1:7인 라벨용 점착 조성물 제조 방법.

#### 청구항 10

제1 기재; 및

상기 제1 기재의 일면 상에 배치되는 점착층;을 포함하며,

상기 점착층이 제1 항 내지 제7 항 중 어느 한 항에 따른 라벨용 점착 조성물을 포함하는 점착 시트(adhesion sheet).

#### 청구항 11

제2 기재; 및

상기 제2 기재 상에 배치된 제10 항에 따른 점착 시트;를 포함하는 물품(article)

### 발명의 설명

**기술 분야**

[0001] 본 출원은 라벨용 점착 조성물, 이의 제조 방법, 이를 포함하는 점착 시트 및 물품에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 점착제는 일반적으로 점착성을 부여하기 위하여 고분자를 주성분으로 포함한다. 고분자를 주성분으로 포함하는 점착제는, 고분자의 구조 및 분자량을 조절함에 의하여, 다양한 환경에 요구되는 우수한 점착성을 제공한다.

[0003] 그러나, 고분자는 합성, 정제 등의 복잡한 과정을 거쳐 제조되므로 다양한 환경 오염을 유발한다. 예를 들어, 고분자의 원료로서 화석 원료 유래의 단량체를 사용하며, 고분자의 정제 과정에서 과량의 유기 용매를 사용하며, 제조된 고분자의 분해에도 장시간이 요구된다.

[0004] 따라서, 재생 가능한 원료를 사용하며, 고분자를 주성분으로 사용하지 않으면서도 우수한 점착성을 제공하는 점착제가 요구된다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0005] 본 출원의 한 측면은 우수한 점착성 및 제어된 수분리성을 가지는 라벨용 점착 조성물을 제공하는 것이다.

[0006] 본 출원의 다른 측면은 라벨용 점착 조성물의 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0007] 본 출원의 다른 측면은 라벨용 점착 조성물을 포함하는 점착 시트를 제공하는 것이다.

[0008] 본 출원의 다른 측면은 점착 시트를 포함하는 물품을 제공하는 것이다.

**과제의 해결 수단**

[0009] 한 측면에 따라, 라이신과 시트르산의 염(salt) 및 키토산을 포함하는 라벨용 점착 조성물이 제공된다.

[0010] 다른 한 측면에 따라, 라이신, 시트르산, 키토산 및 물을 혼합하는 단계; 및 상기 혼합물을 80℃ 이하에서 교반하는 단계;를 포함하는 점착 조성물 제조 방법이 제공된다.

[0011] 다른 한 측면에 따라, 제1 기재; 및 상기 제1 기재의 일면 상에 배치되는 점착층;을 포함하며, 상기 점착층이 상기에 따른 라벨용 점착 조성물을 포함하는 점착 시트가 제공된다.

[0012] 다른 한 측면에 따라, 제2 기재; 상기 제2 기재의 일면 상에 배치되는 상기에 따른 점착 시트;를 포함하는 물품(article)이 제공된다.

**발명의 효과**

[0013] 일구현예에 따른 라벨용 점착 조성물은 수용성 저분자 물질을 주성분으로 포함하는 새로운 조성을 가짐에 의하여 우수한 점착성 및 제어된 수분리성을 동시에 제공한다.

**도면의 간단한 설명**

[0014] 도 1은 참고예 7에 따른 <sup>1</sup>H 핵자기공명스펙트럼(NMR) 분석 결과를 나타낸 것이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0015] 이하, 일구현예에 따른 점착 조성물, 이의 제조 방법, 이를 포함하는 점착 시트 및 물품에 대하여 보다 상세하게 설명하기로 한다.

[0016] 본 명세서에서 "점착성 (adhesion)"이라는 용어는, 서로 다른 2개의 물체(단, 기체는 제외)가 근접 또는 접촉한 후, 이들이 서로를 잡아당기는 현상(tendency)을 의미한다. 즉, 점착성은, 서로 다른 2개의 물체(단, 기체는 제외)가 근접 또는 접촉한 후, 이들을 분리하는데 어떠한 힘(또는 일)을 필요로 하는 현상을 의미한다.

[0017] 본 명세서에서 "점탄성 (viscoelasticity)"이라는 용어는, 물체에 힘이 가해진 경우, 변형에 대해 복원력이 없는 흐름과 복원력을 가지는 탄성 변형이 동시에 나타나는 현상을 의미한다. 점탄성을 가지는 물질은 고체와 액

체의 성질을 동시에 가진다.

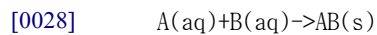
- [0018] 본 명세서에서, "점성(viscosity)"은 분자들 사이의 내적 마찰에서 비롯된 것으로서 어떤 물질의 흐름을 방해하려는 성질을 의미한다. 마찰은 유속의 분포에 차이가 생기는 것을 저지하려는 힘이다. 점착성과 점성은 별개의 성질이다. 높은 점성을 가지는 물질이 점착성이 거의 없을 수 있고, 낮은 점성을 가지는 물질이 높은 점착성을 가질 수 있다.
- [0019] 점착성(adhesion)을 가지는 조성물은, 점탄성(viscoelasticity)을 가질 수 있다. 점탄성을 가지는 조성물을 기재에 도포한 후, 기재로부터 분리해낼 때에 일정한 크기의 힘에 의한 변형이 요구된다. 점탄성을 가지는 조성물은 기재로부터 가역적인 부착 및 탈착이 가능하다. 점탄성을 가지는 조성물을 기재에 도포 및 건조하면 점탄성을 가지는 조성물을 함유한 점착층이 기재상에 형성된다. 점탄성을 가지는 조성물은 기재에 적용하기 이전에 일반적인 가공 형태를 거쳐 보관 및 유통되며 일정시간이 경과되어도 그 부착력이 유지된다. 이러한 점착 조성물을 기재상에 도포 및 건조하여 얻어진 점착 물품은 예를 들어 라벨, 연신폴리프로필렌(Oriented PolyPropylene: OPP) 테이프 등이다. 또한, 점착성(adhesion)을 가지는 조성물은 점탄성을 가지지 않을 수 있다. 점탄성을 가지지 않는 조성물은 기재에 도포된 이후, 일정 시간이 경과한 후에 고체화되며, 이러한 고체화된 물질을 기재로부터 분리하고자 하는 경우에는 비가역적인 물리적 파괴 현상을 수반할 수 있다.
- [0020] 라벨용 점착 조성물은 라이신과 시트르산의 염(salt) 및 키토산을 포함한다.
- [0021] 라이신과 시트르산의 염은 저분자 물질이나, 점착성을 제공한다. 키토산은 추가적인 점착성을 제공한다. 또한, 키토산은 라벨용 점착 조성물의 물에 대한 용해도를 조절한다. 따라서, 라벨용 점착 조성물이 라이신과 시트르산의 염과 키토산을 포함함에 의하여 우수한 점착성 및 제어된 수분리성을 동시에 제공한다. 라벨용 점착 조성물은 라이신과 시트르산의 염을 주성분으로 포함한다. 본 명세서에서 "주성분"은 용매를 제외한 성분 중에서 가장 함량이 높은 성분을 의미한다. 라벨용 점착 조성물에서 키토산의 함량에 따라 라이신과 시트르산의 염이 기재 또는 피착체로부터 제거되는 속도의 조절이 가능하다. 예를 들어, 기재 또는 피착체에 도포된 라벨용 점착 조성물은 상온(25℃)의 물을 이용하여, 교반 및/또는 수세 공정을 통하여 예를 들어 1분 내지 12시간 이내, 5분 내지 6시간 이내, 10분 내지 2시간 이내에 해리되나 반드시 이러한 범위로 한정되지 않으며 요구되는 조건에 따라 조절된다. 라벨용 점착 조성물은 물에 의하여 쉽게 해리되며 해리된 성분 또한 생명체 및 환경에 무해하므로 환경친화적이다.라벨용 점착 조성물이 키토산을 포함함에 의하여 라벨용 점착 조성물로부터 형성되는 점착층이 물에 의하여 기재 또는 피착체로부터 제거될 수 있다.키토산의 탈아세틸화도(deacetylation)는 예를 들어, 70% 이상, 75% 이상, 80% 이상, 85% 이상, 90% 이상, 또는 95% 이상이다. 키토산의 탈아세틸화도는 예를 들어 대한민국공개특허 제2010-0137146호에 개시된 프로톤 NMR에 의한 방법으로 평가할 수 있다. 키토산이 70% 이상의 탈아세틸화도를 가짐에 의하여 수용성이 향상될 수 있다.
- [0022] 라벨용 점착 조성물에서, 조성물 내 키토산 함량은 예를 들어 라벨용 점착 조성물 100 중량부를 기준으로 8 중량부 이하, 7 중량부 이하, 또는 5 중량부 이하이다. 키토산의 함량이 8 중량부 초과이면 침전이 발생할 수 있다. 라벨용 점착 조성물에서, 조성물 내 키토산 함량은 예를 들어 라벨용 점착 조성물 100 중량부를 기준으로 1 내지 8 중량부, 1 내지 7 중량부, 또는 1 내지 5 중량부이다.
- [0023] 라벨용 점착 조성물에서, 조성물 내 라이신과 시트르산의 염(salt)의 함량은 예를 들어 라벨용 점착 조성물 100 중량부를 기준으로 70 중량부 이하, 60 중량부 이하, 또는 50 중량부 이하이다. 라벨용 점착 조성물에서, 조성물 내 라이신과 시트르산의 염(salt)의 함량은 예를 들어 라벨용 점착 조성물 100 중량부를 기준으로 1 내지 70 중량부, 5 내지 70 중량부, 10 내지 70 중량부, 10 내지 60 중량부, 10 내지 50 중량부, 20 내지 50 중량부, 또는 30 내지 50 중량부이다. 라벨용 점착 조성물에서, 조성물 내 라이신과 시트르산의 염(salt)의 함량은 예를 들어 라벨용 점착 조성물 총 중량을 기준으로 1 내지 70wt%, 5 내지 70wt%, 10 내지 70wt%, 10 내지 60wt%, 10 내지 50wt%, 20 내지 50wt%, 또는 30 내지 50wt%이다.
- [0024] 라벨용 점착 조성물에서, 라이신과 시트르산의 염(salt)의 함량은 예를 들어 유기(organic) 고형분 총 중량을 기준으로 10wt% 이상, 20wt% 이상, 30wt% 이상, 40wt% 이상, 50wt% 이상, 60wt% 이상, 70wt% 이상, 80wt% 이상, 또는 90wt% 이상이다. 라벨용 점착 조성물에서, 라이신과 시트르산의 염(salt)의 함량은 예를 들어 유기(organic) 고형분 총 중량을 기준으로 10wt% 내지 99wt%, 20wt% 내지 99wt%, 30wt% 내지 99wt%, 40wt% 내지 99wt%, 50wt% 내지 99wt%, 60wt% 내지 99wt%, 70wt% 내지 99wt%, 80wt% 내지 99wt%, 또는 90wt% 내지 99wt%이다. 예를 들어, 라벨용 점착 조성물 유기 고형분 함량 100 중량부를 기준으로 시트르산 및 라이신 함량의 합은 10 내지 99 중량부, 20 내지 99 중량부, 30 내지 99 중량부, 40 내지 99 중량부, 50 내지 99 중량부, 60 내지 99중량부, 70 내지 99 중량부, 80 내지 98 중량부, 또는 85 내지 97 중량부이다. 라이신과 시트르산의 염

(salt)이 이러한 범위의 함량을 가짐에 의하여 점착성과 수분리성이 더욱 향상된다. 유기(organic) 고형분은 예를 들어 라이신과 시트르산의 염 및 키토산을 포함한다.

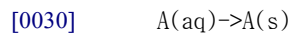
[0025] 라벨용 점착 조성물에서 예를 들어 조성물 내에서 침전물(precipitates)이 부재(free)이다. 라벨용 점착 조성물이 침전물을 포함하지 않음에 의하여 더욱 향상된 점착성을 제공한다.

[0026] 침전물(precipitates)은 라이신, 시트르산 및 키토산 중에서 선택된 하나 이상의 침전물일 수 있다. 예를 들어, 하기 반응식 1에 나타난 바와 같이 라이신 수용액(A(aq))과 시트르산 수용액(B(aq))의 화학변화에 의하여 불용성 염(AB(s))이 얻어지는 것, 하기 반응식 2과 같이 라이신 수용액(A(aq)) 또는 시트르산 수용액(B(aq))으로부터 라이신 고체(A(s)) 또는 시트르산 고체(B(s))가 석출되거나 또는 라이신 고체(A(s)) 또는 시트르산 고체(B(s))가 용매에 용해되지 않아 불용성 상태로 남게 되는 경우를 모두 포함한다. 또한, 라벨용 점착 조성물에서 키토산이 석출되거나 또는 키토산이 용매에 용해되지 않아 불용성 상태로 남게 되는 경우를 포함한다.

[0027] [반응식 1]



[0029] [반응식 2]



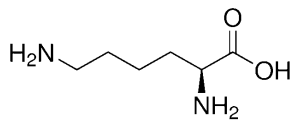
[0031] 본 명세서에서 "침전물"은 기재나 피접착제 도포 전, 보관 및 유통 중 생성되는 침전물이다.

[0032] 본 명세서에서 용어, "라이신"은 염기성 α-아미노산의 하나로, 라이신은 옥살아세트산으로부터 라이신 생합성 경로를 통해 생합성되거나, 또는 화학적으로 합성된 것이다.

[0033] 라이신은 1종의 라이신 또는 1종 이상의 라이신의 혼합물을 포함한다.

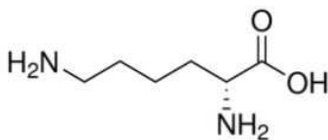
[0034] 라이신은 하기 화학식 1로 표시되는 L-라이신, 하기 화학식 2로 표시되는 D-라이신 및 그 염 중에서 선택된 하나 이상이다.

[0035] [화학식 1]



[0036]

[0037] [화학식 2]



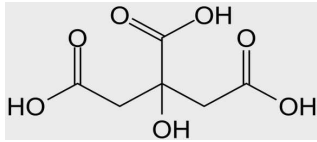
[0038]

[0039] 라이신염은 예를 들어 라이신 설페이트, 라이신 아세테이트, 라이신 모노하이드로클로라이드, 라이신 디하이드로클로라이드, 라이신 모노하이드레이트, 라이신 아세틸살리실레이트, 라이신 포스페이트, 라이신 디포스페이트, 그 혼합물 또는 그 조합물을 들 수 있다. 이러한 라이신염은 라이신 프리폼(free form)으로 전환할 수 있다.

[0040] 라이신염을 라이신 프리폼으로 전환하는 것은 본 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 알려져 있다. 또한 상업적으로 이용 가능한 라이신 원료를 사용할 수 있다. 예를 들면, 상기 라이신은 D-라이신, L-라이신 및/또는 DL-라이신일 수 있으며, 이들의 물리화학적 특성이 동일하거나 유사하므로, 이들을 포함하는 점착 조성물의 특징 또한 동일 또는 유사하여, 본 발명의 범주에 속할 수 있다.

[0041] 시트르산은 유기산 중의 하나로서 하기 화학식 3으로 표시된다.

[0042] [화학식 3]



[0043]

[0044]

라벨용 점착 조성물 내에서 라이신과 시트르산의 염은 예를 들어 염 수용액(salt solution) 형태로 존재한다. 라이신, 시트르산, 물 및 키토산을 혼합하는 경우에, 라이신과 시트르산은 공유 화합물 또는 불용성 염을 형성하지 않고, 예를 들어 염 수용액 형태로 존재한다.

[0045]

라벨용 점착 조성물에서 라이신, 시트르산, 물 및 키토산의 함량은 라이신과 시트르산이 결정으로 석출되거나 침전이 형성되지 않도록 제어될 수 있다. 라벨용 점착 조성물이 결정 또는 침전을 형성하지 않고 액상 상태를 유지할 때 점착성이 우수하며, 기재에 균일하게 도포하기 용이하다.

[0046]

라이신과 시트르산의 혼합물비는 1:1 내지 1:7일 수 있다. 예를 들어, 상기 라이신과 시트르산의 혼합물비는 1:1 내지 1:65, 1:1 내지 1:6, 1:1 내지 1:5, 1:1 내지 1:4, 1:1 내지 1:3, 1:1 내지 1:2, 또는 1:1 내지 1:1.15일 수 있다.

[0047]

시트르산에 대한 라이신의 함량이 상술한 범위보다 많거나 적으면, 조성물 내 침전이 형성되어 점착성이 저하되거나, 점착 조성물의 저장 안정성 또는 보관 안정성이 저하될 수 있다.

[0048]

라벨용 점착 조성물 내에서 라이신과 시트르산의 염(salt) 및 키토산을 포함하는 고형분의 함량은 조성물 100 중량부를 기준으로 하여 70 중량부 이하, 예를 들면, 0.1 내지 70 중량부, 1 내지 70 중량부, 또는 10 내지 70 중량부이다. 고형분의 함량이 이러한 범위일 때 기재 상에 라벨용 점착 조성물을 도포하기가 용이하며, 고형분의 함량이 70 중량부 이상인 경우에는 침전이 형성되어 점착 조성물로 사용되기 어려울 수 있다. 고형분의 함량이 적어지더라도 조성물 내 침전이 형성되거나 점착력을 잃어버리는 것은 아니므로, 적용되는 분야에 따라 고형분의 함량은 0.1 내지 10 중량부 수준으로도 조절될 수 있다.

[0049]

라벨용 점착 조성물에서, 시트르산 및 라이신은 시트르산 및 라이신을 단위체로 하는 축합물 형태로 함유할 수 있다. 예를 들면, 상기 축합물은, 다이머, 트라이머 또는 올리고머 일 수 있으며, 상기 축합물의 함량은 시트르산 및 라이신 함량의 합 100 중량부를 기준으로 하여 20 중량부 이하, 10 중량부 이하, 1 중량부 이하일 수 있으며, 0을 포함할 수 있다. 상기 축합물을 상기 범위 이상으로 포함할 경우 점착 조성물의 점착력이 떨어지거나 액상 상태가 유지되지 못할 수 있다.

[0050]

라벨용 점착 조성물이 상술한 바와 같은 점착성을 나타내는 이유에 대하여 보다 구체적으로 설명한다. 점착성에 대한 이러한 설명은 단순히 이해를 돕기 위한 것으로서 본 출원의 범위를 이러한 해석의 범위로 제한하려는 의도가 아니다. 점착성은 과학적 모순이 없는 범위 내에서 다른 이유에 의하여 설명될 수도 있다. 라이신과 시트르산의 염은, 예를 들어, 라이신과 시트르산 또는 라이신과 시트르산, 물, 또는 라이신과 시트르산, 물, 중 점제 사이의 강한 상호작용에 의하여 조성물 내에서 일종의 네트워킹을 형성함에 의하여 조성물에 점착성을 제공한다. 라이신은 2개의 아미노기를 갖고 있고 시트르산은 3개의 카르보닐기를 갖고 있다. 시트르산의 카르보닐기의 산소의 비공유 전자쌍과 라이신의 아미노기의 수소는 이온성 수소결합(ionic hydrogen bond)을 통하여 강한 상호작용을 한다. 또한, 시트르산의 카르보닐기의 산소의 비공유 전자쌍과 라이신의 아미노기의 수소, 물은 이온성 수소결합(ionic hydrogen bond)을 통하여 강한 상호작용을 한다. 라벨용 점착 조성물을 액체 크로마토그래피 등으로 성분을 분석하면, 라이신과 시트르산을 원료 그대로 확인할 수 있다. 이로부터 라벨용 점착 조성물 내 라이신과 시트르산은 이온성 수소결합을 통하여 결합되며, 라이신과 시트르산의 염(salt) 즉, 라이신과 시트르산의 염 수용액(salt solution) 형태로 존재한다. 라벨용 점착 조성물에서 라이신과 시트르산의 염은 상온(25℃)에서 결정 형태(고체 상태) 또는 침전물 형태로 석출되지 않고 액상 상태를 유지하면서 우수한 점착 특성을 제공한다.

[0051]

라벨용 점착 조성물은 예를 들어 탈이온수, 1차 알코올, 다가 알코올, 디올(diol) 및 트리올(triol)로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 알코올 용매를 포함한다. 물을 용매로 사용하는 라벨용 점착 조성물에 알코올 용매를 더 부가하면 예를 들어 라벨용 점착 조성물의 건조속도가 증가하고 가공성이 향상된다.

[0052]

라벨용 점착 조성물에서, 탈이온수와 알코올의 혼합중량비는 예를 들어 1:1 내지 10:0, 1:1 내지 10:1, 1:1 내지 5:1 또는 1:1 내지 3:2 이다. 라벨용 점착 조성물에서 알코올의 함량이 증가할수록 건조가 잘 되고, 코팅성

이 좋아지므로 예를 들어 박리강도가 증가한다. 그러나, 라벨용 점착 조성물 내에서 알코올의 함량이 탈이온수 대비 1.5배 이상인 경우, 점착 조성물 내 상분리가 발생할 수 있다.

[0053] 알코올 용매는, 예를 들어 일가 알코올(monohydric alcohol), 다가 알코올(Polyhydric alcohols), 불포화 지방족 알코올(Unsaturated aliphatic alcohols), 지환족 알코올(Alicyclic alcohols) 또는 그 혼합물이다. 일가 알코올은 예를 들어 메탄올, 에탄올, 프로판-2-올, 부탄-1-올, 펜탄-1올 및 헥사데칸-1-올(hexadecan-1-ol) 중에서 선택된 하나 이상이다. 다가 알코올은 예를 들어 에탄-1,2-디올(ethane-1,2-diol), 프로판-1,2-디올(propane-1,2-diol), 프로판-1,2,3-트리올(propane-1,2,3-triol), 부탄-1,3-디올(butane-1,3-diol), 부탄-1,2,3,4-테트라올(butane-1,2,3,4-tetraol), 펜탄-1,2,3,4,5-펜톨(pentane-1,2,3,4,5-pentol), 헥산-1,2,3,4,5,6-헥솔(hexane-1,2,3,4,5,6-hexol), 헵탄-1,2,3,4,5,6,7-헵톨(heptane-1,2,3,4,5,6,7-heptol) 중에서 선택된 하나 이상이다. 불포화 지방족 알코올은 예를 들어 프로-2-엔-1-올(Prop-2-ene-1-ol), 3,7-디메틸옥타-2,6-디엔-1-올(3,7-Dimethylocta-2,6-dien-1-ol), 프로-2-인-1-올(Prop-2-yn-1-ol), 사이클로헥산-1,2,3,4,5,6-헥솔(cyclohexane-1,2,3,4,5,6-hexol), 2-(2-프로필)-5-메틸사이클로헥산-1-올(2-(2-propyl)-5-methyl-cyclohexane-1-ol) 중에서 선택된 하나 이상이다. 지환족 알코올은 예를 들어 시클로펜탄올(cyclopentanol), 시클로헥산올(cyclohexanol) 및 시클로헵탄올(cycloheptanol) 중에서 선택된 하나 이상이다.

[0054] 라벨용 점착 조성물의 pH는 1 내지 11, 2 내지 11, 2 내지 9.5, 또는 2 내지 8.5이다. 라벨용 점착 조성물이 이러한 범위 pH 범위를 가짐에 의하여, 라벨용 점착 조성물의 저장안정성 및 보관안정성이 향상되며 장기 보관성이 향상된다. 라벨용 점착 조성물은 제조 직후 외에 장기간 보관한 후에도, 점착성이 우수하고 침전이 형성되지 않는다. 예를 들어, 라벨용 점착 조성물은 예를 들면 14일 이상, 2개월 이상, 6개월 이상, 12개월 이상, 또는 24개월 이상, 보관 또는 또는 유통한 후에도 조성물이 안정하여 침전이 형성되지 않고 물성을 그대로 유지한다. 또한, 라벨용 점착 조성물이 보관되는 환경의 온도는 -18℃ 내지 80℃, 구체적으로 -18℃ 내지 45℃, 0℃ 내지 60℃, 0℃ 내지 45℃, 0℃ 내지 40℃, 또는 20℃ 내지 40℃이다. 이러한 온도 범위를 벗어나는 곳에서 보관하더라도, 라벨용 점착 조성물이 사용되는 환경의 온도가 상기 온도범위 내라면 제형과 품질에 영향이 없을 수 있다. 예를 들면, 저온에서 보관되는 경우에는, 사용 전에 상온에 일정 시간 방치한 후에 사용할 수 있다.

[0055] 라벨용 점착 조성물은 예를 들어 점도가 1000 mPa·s 이상, 2000 mPa·s 이상, 5000 mPa·s 이상, 10000 mPa·s 이상, 15000 mPa·s 이상, 20000 mPa·s 이상, 30000 mPa·s 이상, 40000 mPa·s 이상, 50000 mPa·s 이상, 60000 mPa·s 이상, 70000 mPa·s 이상, 80000 mPa·s 이상, 90000 mPa·s 이상, 100000 mPa·s 이상, 120000 mPa·s 이상, 140000 mPa·s 이상, 160000 mPa·s 이상, 또는 180000 mPa·s 이상일 수 있다.

[0056] 라벨용 점착 조성물은 예를 들어, 초기 점착력이 3.0 mJ 이상, 3.5 mJ 이상, 4.0 mJ 이상, 4.5 mJ 이상, 5.0 mJ 이상, 5.5 mJ 이상, 6.0 mJ 이상, 6.5 mJ 이상, 또는 7.0 mJ 이상이다.

[0057] 라벨용 점착 조성물이 키토산을 포함함에 의하여 라이신과 시트르산의 염만을 포함하는 조성물에 비하여 향상된 점도 및/또는 초기 점착력을 제공한다.

[0058] 라벨용 점착 조성물 100 중량부를 기준으로 라이신과 시트르산의 염(salt)의 고형분 함량이 0.1 중량부 이상 및 키토산 함량 3wt% 이상에서, 라벨용 점착 조성물은 예를 들어 실시예 2의 대조군A에 비하여 라벨분리 지연시간이 1분 이상, 5분 이상, 10분 이상, 30분 이상, 50분 이상, 70 분 이상, 90분 이상 또는 100 분 이상이다. 예를 들어, 라벨용 점착 조성물 100 중량부를 기준으로 라이신과 시트르산의 염(salt)의 고형분 함량이 0.1 중량부 이상에서, 라벨용 점착 조성물은 예를 들어 라벨분리 지연시간이 1.0 내지 300분, 1.0 내지 200분, 또는 1.0 내지 180분이다.

[0059] 라벨용 점착 조성물은 필요에 따라 반응성 희석제, 유화제, 점착부여제(tackifier), 가소제, 충전제, 노화방지제, 경화촉진제, 난연제, 응집제, 계면활성제, 증점제, 자외선 차단제, 엘라스토머, 안료, 염료, 향료, 충전제, 자외선차단제, 대전방지제, 블록킹 방지제, 슬립제, 무기충진제, 혼련제, 안정제, 개질수지, 커플링제, 레벨링제, 형광증백제, 분산제, 열안정제, 광안정제, 자외선 흡수제, 왁스, 습윤제, 난연제, 산화방지제, 방부제 및 윤활제로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 첨가제를 더 포함한다. 첨가제의 총함량은 특별하게 제한되지는 않으며, 사용처에 따라 다양한 첨가제를 다양한 중량 범위에서 포함한다. 상술한 첨가제들의 함량은 당해 기술 분야에서 통상적으로 사용되는 수준이다.

[0060] 반응성 희석제는 조성물의 각 성분들이 조성물이 가해지는 대상물에 골고루 도포할 수 있도록 도와주는 희석제로서, 예를 들어 n-부틸글리시딜에테르, 알리파틱글리시딜에테르, 2-에틸헥실글리시딜에테르, 페닐글리시딜에테르, 0-크레실글리시딜에테르, 노닐페닐글리시딜에테르, p-터트부틸페닐글리시딜에테르, 1,4-부탄디올디글리시딜



에테르, 1.6-헥산디올디글리시딜에테르, 네오펜틸글리시딜에테르, 1.4-사이클로헥산디메틸올디글리시딜에테르, 폴리프로필렌글리콜디글리시딜에테르, 에틸렌글리콜디글리시딜에테르, 폴리에틸렌글리콜디글리시딜에테르, 디에틸렌글리콜디글리시딜에테르, 레조어사이놀디글리시딜에테르, 하이드로젠네이트비스페놀에이글리시딜에테르, 트리메틸올프로펜트리글리시딜에테르, 글리세롤폴리글리시딜에테르, 디글리세롤폴리글리시딜에테르, 펜테리트리톨폴리글리시딜에테르, 케스톨글리시딜에테르, 서비톨폴리글리시딜에테르, 네오케녹에시드글리시딜에테르, 디글리시딜-1.2-사이클로헥산디카복실레이트, 디글리시딜-0-프탈레이트, N,N-디글리시딜아민, N,N-디글리시딜-0-톨루디엔, 트리글리시딜-p-아미노페놀, 테트라글리시딜-디아미노디페닐메탄, 트리글리시딜-이소시아네이트, 1.4-부탄디올디글리시딜에테르, 1.6-헥산디올디글리시딜에테르, 폴리프로필렌글리시딜디글리시딜에테르 및 트리에틸올프로펜트리글리시딜에테르로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상일 수 있다.

[0061] 유화제는 예를 들어 폴리옥시에틸렌, 폴리옥시프로필렌의 공중합체, 폴리옥시에틸렌 및 폴리옥틸페닐에테르의 공중합체, 및 소듐도데실벤젠설파이드로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상을 들 수 있다.

[0062] 점착부여제는 예를 들어 로진 및 그 개질 생성물(Rosin and its modified products)(예: rosin, hydrogenated rosin, polymerized rosin, male rosin, rosin glycerin, rosin modified phenolic resin, etc.), 테르펜계 수지(Terpene-based resin)(예: terpene resin, terpene-phenol resin, terpene-styrene resin, terpene-phenolic resin), 석유 수지(Petroleum resin)(예: C5 petroleum resin, C9 resin, bicyclic ronadiene petroleum resin, hydrogenated petroleum resin, styrene-terpene resin), 페놀계 수지(phenolic resin), 폴리메틸스티렌 수지, 케톤알데히드 수지, 자일렌 포름알데히드 수지, 캐슈 오일 개질 페놀수지(Cashew oil modified phenolic resin), 톨유 개질 페놀수지(Tall oil modified phenolic resin), 러버(Rubber), 수지 에멀전(Resin emulsion) (예: rosin emulsion, TPR water based resin, 2402 resin emulsion, petroleum resin emulsion), 쿠마론인덴 수지 등을 들 수 있다.

[0063] 가소제는 가공 흐름이나 연신을 개선하는 역할을 수행할 수 있다. 그리고 가소제는 조성물의 전기절연성, 점착성, 내한성, 내광성, 내유성, 내비누물성, 난연내연성, 열안정성, 이가공성(분자내 활성화), 활성(분자간 활성화), 무독성 등의 기능을 개선할 수 있다.

[0064] 내한성 등의 기능 향상을 위한 가소제는 디옥틸 아디페이트(DOA), DOZ(dioctyl azelate), DOS(dioctyl sebacate), Flexol TOF(UCC사), 폴리에틸렌글리콜에스테르 등 일 수 있다. 내열성(불휘발) 및 비이행성 기능 향상을 위한 가소제는 폴리에스테르, NBR(니트릴 부타디엔 고무) 등의 고분자 블랜드, 트리멜리트산 에스테르, 펜타에리쓰리톨 에스테르 등 일 수 있다. 내광성 특성을 개선하기 위한 가소제는 DOP, DOA, DOS, 폴리에스테르, 에폭시화 대두유(epoxidized soybean oil: ESBO) 등 일 수 있다.

[0065] 내유성 개선을 위한 가소제는 포스폴렉스 방향족 인산에스테르(상품명: TPP, TCP, 112(CDP), 179A(TXP)), 폴리에스테르계, NBR 등 일 수 있고, 내비누물성을 위한 가소제로는 TCP, ESBO, 폴리에스테르계 등 일 수 있다.

[0066] 난연내연성을 위한 가소제는 TCP, TXP 등 포스페이트, 염화파라핀, 염화알킬스테아레이트, NBR 등 일 수 있고, 열안정성을 위한 가소제로는 ESBO, DOZ, DOS, DOP, 폴리에틸렌글리콜 에스테르 등 일 수 있다.

[0067] 이가공성을 위한 가소제는 DOA, BBP, TOF, TCP, 옥틸디페닐 포스페이트 등 일 수 있고, 활성을 위한 가소제는 DOZ, DOS, 이염기성 아인산염(dibasic lead phosphate: DLP), ESBO, 폴리에틸렌글리콜에스테르 등 일 수 있다.

[0068] 무독성을 위한 가소제는 BPPG, 옥틸디페닐포스페이트, ESBO, 구연산에스테르, NBR 등 일 수 있다.

[0069] 가소제는 구체적으로 디부틸프탈레이트(DBP), 디헥실프탈레이트(DHP), 디-2-에틸헥실프탈레이트(DOP), 디-n-옥틸프탈레이트(DnOP), 디이소옥틸프탈레이트(DIOP), 디테실트탈레이트(DDP), 디이소테실트탈레이트(DIDP), C8-C10 혼합 고급 알콜프탈레이트, 부틸벤질프탈레이트(BBP), 디옥틸아디페이트(DOA), 디옥틸아젤레이트(DOZ), 디옥틸세바케이트(DOS), 트리카레질포스페이(TCP), 트리카실레닐포스페이(TXP), 모노옥틸디페닐포스페이(Santicizer141), 모노부틸-디키실레닐포스페이, 트리옥틸포스페이(TOF), 방향족 오일, 폴리브덴, 파라핀 등이 사용될 수 있다.

[0070] 증점제는 예를 들어 알기닌(alginin), 알긴산(alginic acid), 소듐 알기네이트(sodium alginate), 구아검(guar gum), 잔탄검(xanthan gum), 콜라겐(collagen), 알기네이트(alginate), 젤라틴(gelatin), 푸르셀라란(Furcellaran), 아가(agar), 카라지난(carrageenan), 카제인(casein), 로커스트콩검(locust bean gum), 펙틴(pectin), 폴리에틸렌옥사이드, 폴리에틸렌글리콜, 폴리비닐알콜, 폴리비닐피롤리돈 등이 사용될 수 있다.

[0071] 계면활성제는 당해 기술 분야에서 통상적으로 사용되는 것이라면 모두 다 사용될 수 있다. 예를 들어 C8 내지

C18의 사슬길이를 갖는 알킬 술페이트, 소수성기에 8 내지 18개의 C 원자 및 40개 이하의 에틸렌옥사이드 또는 프로필렌옥사이드 단위를 갖는 알킬 에테르술페이트 또는 알킬 아릴에테르 술페이트, C8 내지 C18의 알킬 술포네이트, 알킬아릴 술포네이트, 1가 알코올 또는 알킬페놀을 갖는 술포숙신산의 에스테르 및 세미에스테르, C8 내지 40의 에틸렌옥사이드 단위를 갖는 알킬 폴리글리콜 에테르 또는 알킬 아릴 폴리글리콜 에테르를 들 수 있다. 예를 들어 소듐 도데실 술페이트(sodium dodecyl sulfate: SDS), 나트륨-실리카이트(Na-silicate) 등이 사용될 수 있다.

- [0072] 충전제는 조성물의 강도, 내구성 및 작업성을 개선하기 위하여 첨가하는 것으로서 예로서 탄산칼슘, 탈크, 중탄, 세라믹, 실리카, 백운석, 크레이, 티탄 백, 아연화, 활석, 카본 (수축방지, 블록킹 방지), 탄산칼슘, 티타늄 산화물, 액상 폴리설파이드 고분자, 휘발성 희석제(volatile diluents), 산화마그네슘, 공정 오일 (processing oil) 등 일 수 있다.
- [0073] 경화촉진제는, 예를 들어, 다이부틸주석 디라우레이트, JCS-50(조호쿠카가쿠교사 제품), 포메이트 TK-1(미즈이카가쿠 폴리우레탄사 제품) 등이 있다. 그리고 산화방지제로는 예를 들어, 다이부틸하이드록시톨루엔(BHT), 이르가녹스(등록상표) 1010, 이르가녹스(등록상표) 1035FF, 이르가녹스(등록상표) 565(모두, 치바 스페셜리티 케미칼즈사 제품) 일 수 있다.
- [0074] 대전방지제는 특별히 한정되지 않으며, 구체적으로 1-헥실-4-메틸피리디늄 헥사플루오로포스페이트, 도데실피리디늄 헥사플루오로포스페이트, 불소화 유기금속 화합물(예컨대, 3M사의 HQ-115), 알칼리금속염(예컨대, NaPF<sub>6</sub>, NaSbF<sub>6</sub>, KPF<sub>6</sub>, KSbF<sub>6</sub> 등), 전도성 고분자(예컨대, 폴리티오펜(Bayer사의 PEDOT), 폴리아닐린, 폴리피롤 등), 금속산화물(예컨대, 인듐 도핑 산화주석(ITO), 안티몬 도핑 산화주석(ATO), 산화주석, 산화아연, 산화안티몬, 산화인듐 등), 4차 암모늄염(예컨대, Sigma-Aldrich사의 폴리(아크릴아미드-co-디알릴디메틸암모늄 클로라이드) 용액), 1-부틸-3-메틸이미다졸륨 헥사플루오로포스페이트[BMIM][PF<sub>6</sub>], 1-부틸-3-(2-히드록시에틸)이미다졸륨 비스(트리플루오로메탄술포닐)이미드[BHEIM][NTf<sub>2</sub>], 테트라부틸메틸암모늄 비스(트리플루오로메탄술포닐)이미드 [TBMA][NTf<sub>2</sub>] 등 일 수 있으며, 이들은 단독 또는 2종 이상 혼합하여 사용될 수 있다.
- [0075] 엘라스토머는 고무 또는 엘라스토머의 성질을 갖는 고분자를 말하며, 예를 들어 에틸렌-초산비닐 공중합체, 아크릴고무, 천연고무, 이소프렌 고무, 스티렌부타디엔 고무, 클로로프렌 고무, 부틸 고무, 에틸렌프로필렌 고무, 스티렌-에틸렌-부틸렌-스티렌 공중합체, 아크릴로니트릴-부타디엔 공중합체 등이 사용될 수 있다.
- [0076] 안정제는 조성물의 점착력 등을 안정화하는 역할을 하며, 그 예로는 다가알콜, 다가아민 등이 사용될 수 있다. 예를 들어 알킬렌글리콜, 디알킬렌글리콜, 벤젠디올, 벤젠트리올, 디알코올아민, 트리알코올아민, 아라비톨, 만니톨, 이소말트, 글리세롤, 자일리톨, 솔비톨, 말티톨, 에리쓰리톨, 리비톨, 돌시톨, 락티톨, 트레이톨, 이디톨, 폴리글리시톨, 알킬렌디아민, 알케닐렌디아민, 페닐렌디아민 및 n-아미노알킬 알칸디아민으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상일 수 있다.
- [0077] 형광증백제는 벤조옥사졸(benzooxazole) 화합물, 벤조티아졸(benzothiazole) 화합물 또는 벤조이미다졸(benzoimidazole) 화합물 등 일 수 있다.
- [0078] 안료는 천연안료 또는 합성안료일 수 있고, 이들은 다른 분류로서 무기안료 또는 유기안료일 수 있다.
- [0079] 향료는 예를 들어, 이에 한정되는 것은 아니나 페퍼민트 오일, 스페아민트 오일, 카르본 또는 멘톨 등을 단독 또는 혼합하여 사용되는 것일 수 있다.
- [0080] 난연제는 멜라민 시안레이트(melamine cyanurate), 수산화마그네슘, 납석, 비석, 규산소다, 수산화알루미늄, 안티몬계(삼산화안티몬) 등 일 수 있다. 그리고 내수성 개선 첨가제는 글리옥살(glyoxal) 일 수 있다.
- [0081] 개질 수지의 예로는 폴리올 수지, 페놀수지, 아크릴수지, 폴리에스테르 수지, 폴리올레핀 수지, 에폭시 수지, 에폭시화 폴리부타디엔 수지 등이 있다.
- [0082] 커플링제는 점착성 조성물과 포장재 사이의 밀착성 및 접착 신뢰성을 개선할 수 있다. 이러한 커플링제가 부가 되면 고온 및/또는 고습 조건하에서 조성물이 장기간 방치된 경우 접착 신뢰성을 개선할 수 있다. 상기 커플링제의 예로는,  $\gamma$ -글리시독시프로필 트리에톡시 실란,  $\gamma$ -글리시독시프로필 트리메톡시 실란,  $\gamma$ -글리시독시프로필 메틸디에톡시 실란,  $\gamma$ -글리시독시프로필 트리에톡시 실란, 3-머캅토프로필 트리메톡시 실란, 비닐트리메톡시실란, 비닐트리에톡시 실란,  $\gamma$ -메타크릴록시프로필 트리메톡시 실란,  $\gamma$ -메타크릴록시 프로필 트리에톡시 실란,  $\gamma$ -아미노프로필 트리메톡시 실란,  $\gamma$ -아미노프로필 트리에톡시 실란, 3-이소시아네이트 프로필 트리에톡시

실란,  $\gamma$ -아세토아세테이트프로필 트리메톡시실란,  $\gamma$ -아세토아세테이트프로필 트리에톡시 실란,  $\beta$ -시아노아세틸 트리메톡시 실란,  $\beta$ -시아노아세틸 트리에톡시 실란, 아세톡시아세토 트리메톡시 실란 등과 같은 실란 화합물을 사용할 수 있다.

- [0083] 혼련제는 방향족 하이드로카본 수지 일 수 있다.
- [0084] 노화방지제는 N-(1,3-디메틸부틸)-N'-페닐-p-페닐렌디아민 일 수 있다.
- [0085] 습윤제는 예를 들어, 당질, 글리세린, 소르비톨 수용액 또는 비결정성 소르비톨 수용액을 단독 또는 혼합한 것 일 수 있다.
- [0086] 자외선 흡수제는 에틸헥실 메톡시신나메이트(예를 들면, 2-Ethylhexyl 4-methoxycinnamate), 에틸헥실살리실레이트, 4-메틸벤질리덴캄퍼, 이소아밀 p-메톡시신나메이트, 옥토크릴렌, 페닐벤즈이미다졸설포닉산, 호모살레이트, 시녹세이트, 에틸헥실트리아존, 폴리실리콘-15, 티이아이-살리실레이트, 팜바(PABA), 에틸헥실디메틸과바, 글리세틸과바 등 일 수 있다. 이들은 단독으로 또는 2 이상이 조합되어 사용될 수 있다.
- [0087] 본 명세서의 점착 조성물 또는 점착 제품은 상술한 첨가제 이외에, US4959412, CA1278132, US6777465, WO2007-120653, US2003-0064178, US7306844, US 7939145, WO 2011-136568, WO 2010-071298, 대한민국 특허공개 2016-0095132, 일본특허공개 5959867, 한국등록특허 989942에 개시된 첨가제가 전체적으로 참조로 인용된다.
- [0088] 다른 구현예에 따른 라벨용 점착 조성물 제조 방법은 라이신, 시트르산, 키토산 및 물을 혼합하는 단계; 및 상기 혼합물을 80℃ 이하에서 교반하는 단계;를 포함한다.
- [0089] 먼저, 라이신, 시트르산, 키토산 및 물을 혼합하여 혼합물을 준비하고, 준비된 혼합물을 80℃ 이하에서 교반함에 의하여 라벨용 점착 조성물이 준비된다.
- [0090] 준비된 혼합물을 80℃ 이하에서 교반하는 단계가 상기 온도 범위 밖에서 실시되면 부반응 물질, 불순물 등이 형성될 수 있으며, 경우에 따라서는 목적하는 점착성을 갖는 점착 조성물을 얻기가 어려울 수 있다. 80℃ 이하에서 교반하는 단계는 예를 들어 0℃ 내지 80℃, 0℃ 내지 75℃, 0℃ 내지 70℃, 0℃ 내지 65℃, 또는 0℃ 내지 60℃에서 수행된다. 80℃ 이하에서 교반하는 단계는 예를 들어 i) 0℃ 내지 80℃, 0℃ 내지 75℃, 0℃ 내지 70℃, 또는 0 내지 65℃에서 혼합하여 교반하는 제1단계와 ii) 상온(20 내지 30℃)으로 냉각하는 제2단계를 포함한다. 라이신, 시트르산, 키토산 및 물의 혼합 시 라이신의 수용액에 시트르산 및 키토산을 부가하거나 또는 라이신, 시트르산, 키토산 및 물을 동시에 혼합하는 과정에 따라 실시할 수 있다. 키토산은, 예를 들어 물에 용해되거나, 시트르산과 함께 물에 용해된 키토산 용액의 형태로 사용된다. 라벨용 점착 조성물은 고형분 함량을 소정 범위로 제어하기 위하여 감압 농축하여 상기 물과 용매를 제거하는 과정을 더 포함하는 것이 가능하다. 사용되는 라이신, 시트르산 및 키토산의 함량은 상술한 라벨용 점착 조성물에서 요구되는 조성에 따라 결정된다.
- [0091] 라이신과 시트르산의 혼합물비는 1:1 내지 1:7일 수 있다. 예를 들어, 상기 라이신과 시트르산의 혼합물비는 1:1 내지 1:65, 1:1 내지 1:6, 1:1 내지 1:5, 1:1 내지 1:4, 1:1 내지 1:3, 1:1 내지 1:2, 또는 1:1 내지 1.15 일 수 있다.
- [0092] 시트르산에 대한 라이신의 함량이 상술한 범위보다 많거나 적으면, 조성물 내 침전이 형성되어 점착성이 저하되거나, 점착 조성물의 저장 안정성 또는 보관 안정성이 저하될 수 있다.
- [0093] 다른 일구현예에 따른, 점착 시트(adhesion sheet)는 제1 기재; 및 제1 기재의 일면 상에 배치되는 점착층;을 포함하며, 점착층이 상술한 라벨용 점착 조성물을 포함한다.
- [0094] 점착 시트가 점착층을 포함함에 의하여 다양한 다른 기재 상에 부착될 수 있다. 점착층은 예를 들어 제1 기재 상에 상술한 점착 조성물을 도포 및 건조하여 얻어진다. 건조를 통하여 조성물 내 용매의 일부 또는 전부가 제거된다. 건조 온도는 예를 들어 25℃ 내지 45℃이다. 제1 기재는 예를 들어 종이, 고분자 등의 유연성 기재이다. 다르게는 제1 기재는 금속 등의 경질 기재이다. 점착 시트는 예를 들어, 종이 상에 점착층이 배치된 라벨지, 고분자 필름 상에 점착층이 배치된 OPP 필름 등이다.
- [0095] 점착 시트는 예를 들어 점착층 상에 배치되는 이형층을 더 포함한다. 점착 물품이 이형층을 더 포함함에 의하여 보관 이동 등이 용이하다. 점착 물품의 사용 시에 이형층을 제거한 후 다양한 기재 상에 부착한다. 이형층의 구조 및 재료는 특별히 한정되지 않으며 당해 기술 분야에서 이형층에 사용할 수 있는 것이라며 모두 가능하다. 이형층은 예를 들어 점착층과 낮은 점착력을 가지는 고분자를 포함하는 층이다.

- [0096] 다른 일구현예에 따른, 물품(article)은 제2 기재; 제2 기재의 일면 상에 배치되는 상술한 점착 시트를 포함한다. 점착 시트가 제1 기재 및 점착층을 포함한다. 제1 기재 및 제2 기재는 각각 독립적으로, 종이, 고분자 필름, 유리, 나무, 플라스틱, 금속, 합금, 세라믹, 및 섬유 중에서 선택된 하나 이상을 포함한다. 제1 기재와 제2 기재는 서로 같거나 다르다. 제1 기재는 예를 들어 종이, 고분자 필름 등의 유연성 기재이고, 제2 기재는 유리병, 플라스틱 용기와 같은 비유연성 기재이다. 다르게는, 제1 기재는 예를 들어 종이, 고분자 필름 등의 유연성 기재이고, 제2 기재도 옷감과 같은 유연성 기재이다.
- [0097] 물품은, 10 내지 15℃에서 200rpm의 속도로 교반하는 진탕 배양기(shaker incubator) 내에 배치되며 증류수에 완전히 침지된 경우에, 제2 기재로부터 상기 제1 기재가 분리되는 시간이 예를 들어, 10 분 이상, 20분 이상 또는 30분 이상이다. 또한, 동일한 조건에서, 제2 기재로부터 상기 제1 기재가 분리되는 시간이 예를 들어, 10 분 내지 12 시간, 20분 내지 6 시간, 또는 30분 내지 3 시간이다. 점착층이 상술한 라벨용 점착 조성물을 포함함에 의하여 수분리성이 용이하게 조절된다.
- [0098] 이하, 하기 실시예를 들어 보다 구체적으로 설명하기로 하되, 하기 실시예로만 한정되는 것을 의미하는 것은 아니다.
- [0099] [실시예 1] 라이신과 시트르산의 염 및 고분자를 포함하는 라벨용 점착 조성물의 제조
- [0100] 조성물 a-1
- [0101] 56중량% L-라이신 프리폼(Lysine free form) 수용액 24g 에 DIW(증류수) 113.6g을 부가하고 상온(25℃)에서 30 분 동안 교반과 동시에 희석하였다. 희석된 라이신에 시트르산(citric acid: CA) 10.608g 및 키토산 용액 73.422g을 상온(25℃)에서 천천히 투입하며 1시간 동안 교반하고 나서 60℃에서 1시간 동안 교반하였다. 이어서, 상기 반응 혼합물이 상온(25℃)에 도달한 후 반응을 종결하여 점착 조성물 221.63g을 수득하였다. 이 조성물에서 라이신과 시트르산의 고형분 함량은 조성물 100 중량부를 기준으로 하여 약 30중량부이고, 라이신과 시트르산의 혼합물비는 1:3이고, 키토산 함량은 1.17wt%이고, 용매는 탈이온수이다. 키토산 용액은 증류수 28.4g 에 구연산 42.43g을 첨가한 후 60℃에서 키토산 2.59g을 천천히 투입한 후, 30분 동안 교반하여 얻어진 투명 용액이다. 키토산의 탈아세틸화도(deacetylation, DAC)는 85% 이었다.
- [0102] 조성물 a-2 내지 d-4
- [0103] 라이신과 시트르산의 고형분 함량, 라이신과 시트르산의 몰비, 또는 키토산 함량을 변경한 것을 제외하고는 조성물 a-1과 동일한 방법으로 점착 조성물을 제조하였다. 구체적인 조성은 하기 표 1 내지 4에 개시된다.
- [0104] [실시예 2] 침전 형성 여부, 수분리성, 점도 및 초기 점착력 평가
- [0105] 실시예 1에 기재된 제조방법에 따라, 점착 조성물을 제조하였다 (하기의 a-1 내지 c-4).
- [0106] 대조군 A로는, 상업적으로 구매 가능한 폴리비닐알코올계 점착제 (J-POVAL JP-18, Japan VAM& Poval Co., Ltd.)를 준비하였다.
- [0107] 상기 각각의 점착 조성물에 대하여 수분리성, 점도 및 초기 점착력을 하기 방법에 따라 평가하였고, 평가 결과는 하기 표 1 내지 3에 나타내었다. 표 1 내지 3에서 고형분 함량은 라이신과 시트르산의 염에 의한 고형분 함량이다.
- [0108] 1) 침전 형성 여부
- [0109] 실시예 10에서 제조된 조성물의 침전 형성 여부를 평가하였다. 구체적으로는, 각 조성물을 50um 두께의 OPP 필름(삼영화학공업)위에 바 코터기(bar coater)를 이용해 약 50um의 두께로 도포하였다. 조성물이 도포된 필름을 상온(25℃), 상대습도 60±10% 조건에서 14day 동안 방치한 후, OPP 필름상에 존재하는 점착 조성물의 표면 변화를 확인하여 형상 변화를 평가하였다. 평가 결과는 하기 표 1 내지 3에 나타내었다.
- [0110] 2) 수분리성
- [0111] 상기 준비된 점착 조성물, 및 대조군 3의 조성물을 각각 폭 1.5cm×길이 10cm의 종이라벨지 일면 상에 바코터를 사용하여 약 50um의 두께로 도포한 후, 조성물이 도포된 종이라벨지를 슬라이드 글라스에 부착하고, 핸드 롤러를 이용하여 2kgf의 압력으로 2회 압착하여 접착한 후 24시간 상온에서 건조하여 시편을 준비하였다.
- [0112] 상기 각 시편을 상온, 상압, pH 중성 조건의 증류수(DIW)에 완전 침지한 후 진탕 배양기를 이용해 10-15℃에서 200rpm으로 교반하면서 종이라벨지가 슬라이드 글라스로부터 완전히 분리되는 시간을 측정하였다.

[0113] 3) 점도 평가

[0114] 점도는 회전식 점도계 (제조사: LAMYRHEOLOGY, 상품명: RM200 TOUCH CP400 또는 RM200 TOUCH)를 사용하여 25±1℃, LV-1번 형태의 스피들(Spindle), 60rpm의 조건에서 점도를 측정하였다. 평가 결과를 하기 표 4에 나타내었다.

[0115] 4) 초기 점착력

[0116] 초기 점착력은 Anton Paar社의 Rheometer 측정 장비를 사용하였으며, 이 장비를 통해 상기 점착 조성물의 초기 점착력을 비교하였다. 25mm 직경을 갖는 SUS 재질의 프로브(Probe)를 점착 조성물에 1분 동안 접촉하여 0.01mm 갭(gap)을 유지한 뒤 동일속도로 프로브를 박리시키며 발생하는 힘을 측정하여 순간적으로 이루어지는 초기 점착력에 대한 정량적 평가를 하였다. 평가 결과는 하기 표 4에 나타내었다.

표 1

[0117]

	라이신과 시트르산의 염 고형분 함량 (wt%)	라이신:CA (mol ratio)	키토산 함량 [wt%]	침전 형성 여부	분리 시간 [분]
a-1	30	1:3	1.17	무	16
a-2	40	1:3	1.17	무	15
a-3	50	1:3	1.17	무	16

[0118]

[0119] 표 1에 보여지는 바와 같이, 라이신과 시트르산의 몰비가 1:3, 키토산 함량이 1.17wt% 일때 고형분 함량 변화에 따른 내수성의 차이는 없었다.

표 2

[0120]

	라이신과 시트르산의 염 고형분 함량 (wt%)	라이신:CA (mol ratio)	키토산 함량 [wt%]	침전 형성 여부	분리 시간 [분]
b-1	40	1:3	1	무	15
b-2	40	1:3	2	무	28
b-3	40	1:3	3	무	60
b-4	40	1:3	4	무	87
b-5	40	1:3	5	무	120
b-6	40	1:3	6	무	142
b-7	40	1:3	7	무	168
b-8	40	1:3	8	유	-
대조군A	15	-	-	무	38

[0121] 표 2에 보여지는 바와 같이, 라이신과 시트르산의 몰비가 1:3, 고형분함량이 40wt% 일때 키토산 함량이 7wt%까지 증량됨에 따라 라벨 분리 시간이 지연되어 내수성이 비례하여 증가되었으나, 키토산을 8wt%까지 첨가할 경우 라벨 점착 조성물 내 침전이 생성되었다. 점착 조성물내 키토산 함량이 3~7wt% 첨가시 대조군 A 대비 우수한 내수성을 보여주었다.

표 3

[0122]

	라이신과 시트르산의 염 고형분 함량 (wt%)	라이신:CA (mol ratio)	키토산 함량 [wt%]	침전 형성 여부	분리 시간 [분]
c-1	40	3:1	5	무	5
c-2	40	1:1	5	무	28
c-3	40	1:1.5	5	무	46
c-4	40	1:3	5	무	120
c-5	40	1:5	5	무	136

c-6	40	1:7	5	무	30
c-7	40	1:10	5	무	15
대조군A	15	-	-	무	38

[0123] 표 3에 보여지는 바와 같이, 고형분함량이 40wt% 이고 라이신과 시트르산의 몰비가 1:1.5~1:5 비율 범위에서 대조군 A 대비 라벨분리 시간이 지연되어 우수한 내수성을 보여주었다.

[0124] 또한, 본 발명의 점착 조성물은 천연 재료로 이루어지므로 물에 용해된 후에도 환경에 대한 오염이 없다.

표 4

[0125]

	라이신과 시트르산의 염 고형분 함량 (wt%)	라이신:CA (mol ratio)	키토산 함량 [wt%]	점도 (mPa.s)	초기점착력 (mJ)
d-1	40	1:1.5	5	63,510	4.11
d-2	40	1:3	5	55,680	3.53
d-3	50	1:1.5	5	182,200	7.77
d-4	50	1:3	5	142,122	5.98
대조군A	15	-	-	10,850	2.4

[0126] 표 4에 보여지는 바와 같이, 본 발명의 라벨용 점착 조성물은 대조군 A 보다 우수한 초기 점착력을 보여주었다.

[0127] [참고예 1] 라이신 및 유기산을 포함하는 조성물의 안정성 평가

[0128] (라이신과 시트르산=1:1 몰비 조성물)

[0129] 54중량% L-라이신 프리폼(Lysine free form) 수용액 100g 에 DIW(증류수) 79g을 부가하고 상온(25℃)에서 30분 동안 교반과 동시에 회석하였다. 회석된 라이신에 시트르산(citric acid: CA) 70.97g을 상온(25℃)에서 천천히 투입하며 1시간 동안 교반하고 나서 60℃에서 1시간 동안 교반하였다. 이어서, 상기 반응 혼합물이 상온(25℃)에 도달한 후 반응을 종결하여 점착 조성물 249.93g을 수득하였다. 이 조성물에서 고형분의 함량은 조성물 100 중량부를 기준으로 하여 약 50중량부이고, 라이신과 시트르산의 혼합몰비는 1:1이고 용매는 탈이온수이다.

[0130] (라이신과 다른 유기산=1:1 몰비 조성물)

[0131] 상기 방법과 동일한 방법으로, 유기산의 종류만을 달리하여 조성물을 제조하였다.

[0132] 시트르산 대신에 아세트산, 글루타민산, 글루타르산, 타르타르산, 아스파르트산, 푸마르산, 글리옥실산, 4-케토 피멜산, 피루브산, 1,3-아세톤디카르복실산을 각각 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법에 따라 실시하여 조성물을 제조하였다.

[0133] (침전 여부 평가)

[0134] 제조된 조성물의 침전 형성 여부를 평가하였다. 구체적으로는, 각 조성물을 50um 두께의 OPP 필름(삼영화학공업)위에 바 코터기(bar coater)를 이용해 약 50um의 두께로 도포하였다. 조성물이 도포된 필름을 상온(25℃), 상대습도 60±10% 조건에서 14day 동안 방치한 후, OPP 필름상에 존재하는 점착 조성물의 표면 변화를 확인하여 형상 변화를 평가하였다.

[0135] 라이신과 시트르산을 포함하는 조성물은 침전이 형성되지 않는 반면, 다른 유기산과 라이신을 포함하는 조성물은 침전이 형성되어 점착성을 평가할 수 없었다.

[0136] 라이신과 다양한 유기산을 혼합하여 조성물을 제조하는 경우, 모든 조성물이 침전을 형성하지 않고 점착성을 나타내는 것은 아니라는 점을 확인하였다.

[0137] [참고예 2] 조성물의 용매에 따른 용해도 평가

[0138] 참고예 1에 기재된 제조방법에 따라, 라이신 및 시트르산을 포함하는 점착 조성물을 제조하였다. (라이신과 시트르산의 몰비율 = 1:1, 고형분 함량 50 중량부) 제조된 상기 점착 조성물 50g에 하기 추가 용매 25g을 각각 투입하고 1시간 동안 교반하였다. 교반을 실시한 후 점착 조성물의 추가 용매인 메탄올, 톨루엔, 벤젠, 클로로포름, 메틸렌클로라이드, 디클로로메탄, 테트라하이드로퓨란(THF), 에틸아세테이트, 디메틸포름아미드(DMF), 디

메틸설폭사이드(DMSO), n-헥산 용매에 대한 용해도를 평가하였다. 평가 결과, 실시예 1에서 제조된 점착 조성물은 알코올인 메탄올을 추가 용매로 사용하는 경우에는 용해되었으나, 상술한 다른 추가 유기용매에 대해서는 용해되지 않고 침전되었다.

[0139] [참고예 3] 고형분 함량에 따른 점착 조성물의 형상, 점도 및 초기점착력 분석

[0140] 참고예 1에 기재된 제조방법에 따라, 라이신 및 시트르산을 포함하는 점착 조성물을 제조하였다. 다만, 점착 조성물 내 고형분 함량을 각각 10 중량%, 20 중량%, 30 중량%, 40 중량%, 50 중량%, 60 중량%, 61 중량%, 62 중량%, 63 중량%, 64 중량%, 65 중량%, 66 중량%, 67 중량%, 68 중량%, 69 중량%, 70 중량%, 71 중량%, 72 중량%, 75 중량%이 되도록 점착 조성물을 제조하였다. (라이신과 시트르산의 몰 비율은 1:1) (조성물 2-1 내지 2-19) 상기 고형분 함량은 물의 함량으로 조절하였다.

[0141] 1) 안정성 평가

[0142] 물 비율을 다양하게 갖는 각각의 점착 조성물의 안정성 평가를 위한 구체적인 방법은 다음과 같다. 각각의 점착 조성물을 직경 5cm의 알루미늄 디쉬(dish)에 약 1g을 정량 하였다. 이후 상온(25℃), 상대습도 60±10% 조건에서 14day 동안 점착 조성물 내 침전 형성 여부를 관찰하였다.

[0143] 2) 점도 평가

[0144] 점도는 회전식 점도계 (제조사: LAMYRHEOLOGY, 상품명: RM200 TOUCH CP400 또는 RM200 TOUCH)를 사용하여 25±1℃, LV-1번 형태의 스피들(Spindle), 60rpm의 조건에서 점도를 측정하였다.

[0145] 3) 초기 점착력 평가

[0146] 안정성 평가에서 침전이 형성되지 않은 조성물에 대하여 초기 점착력을 평가하였다. 초기 점착력은 Anton Paar社의 Rheometer 측정 장비를 사용하였으며, 이 장비를 통해 상기 점착 조성물의 초기점착력을 비교하였다. 25mm 직경을 갖는 SUS 재질의 프로브(Probe)를 점착 조성물에 1분 동안 접촉하여 0.01mm 겹(gap)을 유지한 뒤 동일속도로 프로브를 박리시키며 발생하는 힘을 측정하여 순간적으로 이루어지는 초기 점착력에 대한 정량적 평가를 하였다. 평가 결과는 하기 표 5에 나타내었다.

표 5

No.	라이신:CA (mol ratio)	고형분 함량 (wt%)	점도 (mPa.s)	초기점착력 (mJ)	침전 형성 여부
2-1	1:1	10	10.08	0.21	무
2-2	1:1	20	11.84	0.217	무
2-3	1:1	30	13.54	0.216	무
2-4	1:1	40	16.24	0.22	무
2-5	1:1	50	26.68	0.222	무
2-6	1:1	60	85.28	0.523	무
2-7	1:1	61	91.45	0.562	무
2-8	1:1	62	99.13	0.614	무
2-9	1:1	63	115.22	0.652	무
2-10	1:1	64	125.35	0.751	무
2-11	1:1	65	168.5	0.783	무
2-12	1:1	66	184.15	0.899	무
2-13	1:1	67	233.56	0.921	무
2-14	1:1	68	290.52	1.12	무
2-15	1:1	69	424.2	1.24	무
2-16	1:1	70	657.67	1.48	무
2-17	1:1	71	불용성 물질(CA) 존재		
2-18	1:1	72	불용성 물질(CA) 존재		
2-19	1:1	75	불용성 물질(CA) 존재		

[0147]

[0148]

표 5를 참조하면, 조성물 내 고형분 함량이 71 중량% 이상인 경우에는 침전이 형성된 반면, 조성물 내 고형분 함량이 10 중량% 내지 70 중량%인 경우에는 침전이 형성되지 않고 액상을 유지함을 확인하였다.

[0149]

[참고예 4] 초기 점착력 비교

[0150]

종래의 점착제와 본 출원의 점착 조성물의 점착력을 비교하였다.

[0151]

참고예 1에 기재된 제조방법에 따라, 라이신 및 시트르산을 포함하는 점착 조성물을 제조하였다. 다만, 점착 조성물 내 고형분의 함량이 10 중량%가 되도록 물의 함량을 조절하였다. (라이신과 시트르산의 몰 비율 = 1:1)(조성물 4-1)

[0152]

상업적으로 구매 가능한 폴리비닐알콜계 점착제(polyvinyl alcohol based adhesive: PVA 088-50, Qingdao Sanhuan Colorchem CO.,LTD)를 준비한 후, 고형분 함량이 10중량%가 되도록 물의 함량을 조절하여 점착 조성물(이하, 대조군 1)을 제조하였다.

[0153]

참고예 3에 기재된 방법과 동일한 방법을 이용하여, 상기 본 출원의 점착 조성물(고형분 함량 10 중량%) 및 상기 대조군 1의 점도 및 초기 점착력을 평가하였다.

[0154]

평가 결과는 하기의 표 6에 나타내었다.

표 6

[0155]

	고형분 함량 (wt%)	점도 (mPa.s)	초기점착력 (mJ)
4-1	10	10.1	0.21
대조군 1 (PVA계)	10	43.49	0.201



[0156] 표 6을 참조하면, 본 출원에 따른 점착 조성물은 폴리비닐알콜계 점착 조성물 (대조군 1)과 비교하여 초기 점착력이 동등한 수준을 나타내었다.

[0157] [참고예 5] 용매에 따른 박리강도 평가

[0158] 참고예 1에 기재된 제조방법에 따라, 라이신 및 시트르산을 포함하는 점착 조성물을 제조하였다 (하기의 6-1 내지 6-3). 다만, 라이신과 시트르산의 몰 비율을 각각 1.5:1, 1:1, 및 1:1.5 로 하여 점착 조성물을 제조하였다. (고형분 함량 50 중량부)

[0159] 참고예 1에 기재된 제조방법에 따라, 라이신 및 시트르산을 포함하는 점착 조성물을 제조하였다 (하기의 6-4 내지 6-6). 다만, 라이신과 시트르산의 몰 비율을 각각 1.5:1, 1:1, 및 1:1.5 로 하여 점착 조성물을 제조하였으며, 용매로 메탄올을 추가하였다. 상기 탈이온수와 메탄올의 중량 비율은 1:1로 하였다. (고형분 함량 50 중량부)

[0160] 참고예 1에 기재된 제조방법에 따라, 라이신 및 시트르산을 포함하는 점착 조성물을 제조하였다 (하기의 6-7 내지 6-8). 다만, 탈이온수 외 메탄올을 추가하였으며, 탈이온수 및 메탄올의 중량 비율은, 6:4, 및 4:6으로 하였다. (라이신과 시트르산의 몰 비율 = 1:1, 고형분 함량 50 중량부)

[0161] 대조군으로는, 상업적으로 구매 가능한 아크릴계 점착제 (K901, (주)한성P&I) (이하, 대조군 2)(고형분 함량 59 중량%)를 준비하였다. 상기 각각의 점착 조성물에 대하여 박리강도를 하기 방법에 따라 평가하였고, 평가 결과는 하기 표 7에 나타내었다.

[0162] 1)박리강도

[0163] PET 필름을 준비한 후, (필름 규격: 120mm\*25mm, 두께: 38um 또는 50um) bar coater를 사용하여 상기 PET 필름 (50um 두께)표면에 시료를 11 um 의 두께로 코팅 하였다. 이후 오븐에서 60℃, 4분간 건조 한 뒤 dry laminator 장비를 사용해 PET 필름(38um 두께)과 함께 lamination 하였다(roller speed 1.9m/min, roller temp. 60℃). 라미네이션이 완료된 시편을 30℃로 제어된 오븐에서 72hr 동안 건조 하였다. ASTM D1876 "T 박리강도 측정" 방법에 따라 상기 건조된 시편의 박리강도가 측정되었다. 측정 결과는 하기 표 7에 나타내었다.

표 7

[0164]

No.	라이신:CA (mol ratio)	용매	고형분 함량 (wt%)	박리강도 (N/25mm)
6-1	1.5:1	DIW	50	5.91
6-2	1:1			5.45
6-3	1:1.5			4.92
6-4	1.5:1	DIW와 메탄올 (1:1 wt ratio)		7.11
6-5	1:1			6.92
6-6	1:1.5			6.18
6-7	1:1	DIW와 메탄올(6:4wt ratio)		6.28
6-8	1:1	DIW와 메탄올(4:6wt ratio)		-
대조군 2 (아크릴계)	-	-	59	6.61

[0165] 표 7을 참조하면, 본 출원에 따른 점착 조성물에 의하여 스테인레스강에 점착된 PET 필름은 1시간 내에 분리되었으며, 대조군 2에 비하여 더 낮은 고형분 함량을 가짐에도 유사한 박리강도를 제공하였다.

[0166] 또한, 물과 알코올을 용매로 사용하는 경우에는 박리강도가 더 향상되었다. 향상된 박리강도는 혼합용매를 이용한 점착 조성물이 탈이온수만을 함유한 점착 조성물과 비교하여 점착각이 낮고, 그 결과 기재에 대한 코팅성이 더 우수하기 때문으로 판단된다. 다만, 탈이온수와 알코올의 함량이 4:6 중량 비율인 경우에는 점착 조성물 내 상분리가 발생하여 사용이 불가하였다.

[0167] [참고예 6] 반응 온도 조건에 따른 점착 조성물 내 조성 분석

- [0168] 점착 조성물을 제조함에 있어서, 온도 조건에 따른 점착 조성물 내 조성을 분석하였다.
- [0169] 1) 0℃ (저온)에서 제조: 54중량% 라이신 수용액 100g에 DIW(증류수) 79g를 부가하고 0℃(T1)에서 30분 동안 교반하였다. 회석된 결과물에 시트르산 70.97g을 0℃(T2)에서 천천히 투입하며 교반을 1.5시간 동안 실시하여 점착 조성물을 제조하였다. (고형분 함량: 50 중량%, 라이신과 시트르산의 혼합물비 = 1:1) 교반되는 동안 동일한 온도 유지를 위하여 아이스 베스를 사용하였다.
- [0170] 2) 25℃ (상온)에서 제조: 54중량% 라이신 수용액 100g에 DIW(증류수) 79g를 부가하고 상온 25℃(T1)에서 30분 동안 교반하였다. 회석된 결과물에 시트르산 70.97g을 25℃(T2)에서 천천히 투입하며 교반을 1.5시간 동안 실시하여 점착 조성물을 제조하였다.(고형분 함량: 50 중량%, 라이신과 시트르산의 혼합물비 = 1:1). 점착 조성물이 교반되는 동안 동일한 온도 유지를 위하여 온도 제어기를 사용하였다 (이하 동일).
- [0171] 3) 60℃에서 제조: 상기 2)의 방법과 동일한 방법으로 조성물을 제조하였으며, 다만, T2는 60℃로 변경되었다.
- [0172] 4) 80℃에서 제조: 상기 2)의 방법과 동일한 방법으로 조성물을 제조하였으며, 다만, T2는 80℃로 변경되었다.
- [0173] 5) 240℃에서 제조: 상기 2)의 방법과 동일한 방법으로 조성물을 제조하였으며, 다만, T2는 240℃로 변경되었다.
- [0174] 상기 방법에 따라 조성물을 제조한 결과, 240℃에서는 탄화물이 형성되어 점착 조성물을 제조할 수 없었다. 따라서, 0℃, 25℃, 60℃ 및 80℃에서 제조된 조성물에 대하여 <sup>1</sup>H NMR 를 이용하여 성분 분석을 실시하였다.
- [0175] 본 출원에서 사용된 NMR 분석기기 및 조건은 다음과 같다.
- [0176] 초전도푸리에변환핵자기공명분광기(400MHz) 모델명: AVANCE II 400, 제조사: Bruker Biospin (Magnet field strength 9.4 Tesla, Field drift rate: 4Hz/hr, Observable Frequency : 400Mhz <sup>1</sup>H, Sensitivity: 220 : 1(<sup>1</sup>H), Variable Temp. : -70~+110℃), 용매: D<sub>2</sub>O
- [0177] 0℃(샘플 1), 25℃(샘플 2), 및 80℃(샘플 3)에서 제조된 조성물에 대하여 <sup>1</sup>H NMR 분석을 수행하였다. NMR 분석 결과는 도 1에 나타내었다. 도 1을 참고하면, 0℃, 25℃, 및 80℃에서 제조된 조성물은 모두 동일한 위치에서 <sup>1</sup>H NMR 피크가 나타났으며, 화학적 이동 (chemical shift)가 발생하지 않았는 바, 이들은 모두 동일한 조성을 갖고 있다는 점을 알 수 있다. 즉, 0℃, 25℃, 및 80℃에서 제조된 점착 조성물은 내에는 라이신과 시트르산이 혼합물 상태로 존재하고 라이신과 시트르산의 축합물 생성이 없거나, 축합물이 생성되더라도 불순물로서 매우 소량 포함되어 있다는 것을 알 수 있다.

도면

도면1

