

계면중합법을 이용한 방향성 마이크로캡슐의 제조 및 특성

최창남 · 손경희* · 황태연

전남대학교 공과대학 섬유공학과

* 전남대학교 가정대학 의류학과

1. 서 론

마이크로캡슐이란 직경이 $1\mu\text{m}$ 에서 $1,000\mu\text{m}$ 사이의 매우 작은 용기를 말하며, 마이크로캡슐화(microencapsulation)는 미세한 고체입자나 액체방울을 연속적인 고분자 물질의 막으로 둘러싸거나 코팅하는 과정을 뜻한다. 마이크로 캡슐은 일반적으로 압력이나 온도를 조절함으로써 심물질의 방출량과 속도를 제어할 수 있다. 또한 압력이나 온도가 변하지 않더라도 시간이 지나면 심물질은 천천히 빠져 나오게 된다. 이러한 방출성질은 심물질 종류와 벽재의 두께와 종류, 벽재를 이루는 고분자 물질의 분자량 등에 의존하게 된다.

마이크로캡슐을 만드는 데에는 화학적, 물리화학적, 기계적 방법들이 있으며 특히 화학적 방법에는 계면중합법, in-situ 중합법, 코아세르베이션법 등이 있다. 이중 계면중합법은 마이크로캡슐을 쉽게 만들 수 있으며 반응시간이 짧아 마이크로캡슐 제조에 많이 이용되는 방법으로 알려져 있다.

본 연구에서는 계면중합법을 이용하여 향이 함유된 마이크로캡슐을 제조하고, 그의 방출거동에 대해 조사하였다.

2. 실 험

2.1 마이크로캡슐의 제조

안정화제로서 메틸 셀룰로오스 2g을 증류수 200ml에 잘 녹인 후 비이커에 담아 두었다. 톨루엔 10ml에 유용성 단량체 1.5g을 가하여 녹인 후 (단, joly mist의 경우에는 단독으로 유용성 단량체를 녹이지 못하여 톨루엔과 1:1 비율로 섞어 사용하였다) 위의 메틸 셀룰로오스 수용액에 천천히 첨가하면서 교반시켜 에멀전을 형성하였다. 교반속도는 4,000rpm, 6,000rpm, 그리고 8,000 rpm으로 변화를 주었으며 각각 15분 동안 충분히 교반하였다. O/W 에멀전이 형성된 후에는 1,000 rpm으로 교반속도를 낮추고 여기에 수용성 단량체 15.5g과 NaOH 8.6g을 200ml의 증류수에 녹여 둔 액을 천천히 첨가하여 주었다. 이때 반응기 안에서 벽막이 충분히 형성되고, 형성된 벽막이 안정성을 갖을 수 있도록 10°C 의 항온을 유지하면서 3시간 동안 교반하였다. 만들어진 마이크로캡슐은 여과 후 메틸알코올, 아세톤 등으로 세척한 뒤 물에 재분산시켜 안정화 하였다.

2.2 마이크로캡슐의 면직물への 접착

마이크로캡슐을 pad-dry-cure(PDC)법과 날염법으로 면직물에 접착시켰으며 구체적인 접착방법은 다음과 같다.

시료 A : 증류수 188g에 마이크로캡슐 원액 6g을 넣은 후 캡슐이 잘 섞이도록 수 분 동안 교반시키고 여기에 수용성 폴리우레탄 접착제 6g을 첨가하여 처리액을 만들었다. 여기에 정련·표백한 면직물을 10분 동안 침지시킨 후 2dip-2nip으로 패딩(pick-up율은 약 100%)하고 120℃에서 2분 동안 예비건조 후 160℃에서 4분 동안 열처리를 행하였다.

시료 B : 마이크로캡슐 원액 6g을 음이온 바인더 에멀전 94g에 혼합하여 잘 교반시킨 뒤 Stencil을 이용하여 정련·표백한 면직물에 날염하였다. 날염한 면직물은 120℃에서 2분 동안 예비건조하고, 160℃에서 4분 동안 열처리하였다.

2.3 측정 및 분석

2.3.1 광학현미경 관찰

마이크로캡슐의 형태를 확인하기 위하여 광학현미경(Nikon, Japan, AFX-II, Type-104)을 사용하여 다양한 배율로 관찰하였다.

2.3.2 입도분석

마이크로캡슐의 평균크기 및 분포를 입도분석기(Malvern Instrument)를 사용하여 분석하였다.

2.3.3 심물질의 방출거동 측정

기체크로마토그래피(Young-Lin M600D, Korea)를 이용하여 톨루엔과 joly mist이 심물질로 함유된 마이크로캡슐에서 심물질의 방출거동을 검토하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 광학현미경의 관찰

Fig. 1은 톨루엔을 심물질로 하여 제조한 마이크로캡슐의 광학현미경 사진이다. 단, (a)는 4,000rpm에서 유화만 시킨 것으로 구상의 O/W 에멀전이 잘 형성되었음을 알 수 있다. (b), (c), 그리고 (d)는 각각 유화속도를 4,000rpm, 6,000rpm, 그리고 8,000rpm으로 하여 제조한 마이크로캡슐의 사진이다. 모두 에멀전 상태에서와 마찬가지로 구 형태의 마이크로캡슐이 형성되어 있음을 알 수 있으며, 같은 배율($\times 200$)에서 유화속도가 증가할수록 마이크로캡슐의 크기가 더 작음을 알 수 있다. Fig. 2는 톨루엔과 함께 joly mist를 심물질로 하여 제조한 마이크로캡슐의 광학현미경 사진이다. (a)는 4,000rpm으로 제조한 마이크로캡슐($\times 200$)로 위에서와 같이 구 형태의 마이크로캡슐이 형성되었음을 알 수 있다.

3.2 입도분석

Fig. 3의 (a)는 입도분석기를 사용하여 측정한 유화속도에 따른 마이크로캡슐의 크기분포이다. 심물질로는 톨루엔을 사용하였으며 유화액 제조시의 분산속도는 각각 4,000rpm, 6,000rpm, 그리고 8,000rpm이다. 평균크기는 각각 $24.12\mu\text{m}$, $11.19\mu\text{m}$, 그리고 $9.37\mu\text{m}$ 로써 유

회속도가 증가함에 따라 마이크로캡슐의 평균크기는 작아짐을 알 수 있다. 단, 8,000rpm의 경우에는 평균크기는 작아졌으나 입경분포는 넓어지는 경향을 관찰할 수 있다.

3.3 심물질의 방출거동 확인

마이크로캡슐은 심물질이 시간이 지남에 따라 서서히 방출하는 서방성 마이크로캡슐과 외부에서 힘을 가하면 캡슐 막이 깨지면서 심물질을 방출하는 파괴메카니즘형 마이크로캡슐의 두 종류로 나눌 수 있다.

Fig. 3의 (b)는 심물질로써 톨루엔과 joly mist를 1:1로 혼합하여 제조한 마이크로캡슐을 날염법으로 면직물에 부착시키고 밀폐용기 내에 보관하면서 마이크로캡슐을 파괴시키기 전과 후의 크로마토그램을 나타낸 것이다. 아래의 피크에서 1.2분여대에 나타나는 날카로운 피크는 주로 톨루엔을 나타내고 있으며, Joly mist는 2.3분여대의 좀더 작은 피크를 가진다. 마이크로캡슐을 파괴하면 파괴하기 전보다 1.2분여대의 피크는 10배 정도 증가했고, 2.3분여대의 피크는 4.85배 정도 증가했음을 보이고 있다. 이와같이 파괴후에 심물질의 피크가 증가한다는 사실로부터 톨루엔과 joly mist 두 심물질이 모두 캡슐내에 존재함을 확인할 수 있으며, 심물질의 방출 거동은 파괴 메카니즘으로 방출된다는 것을 확인할 수 있었다.

참고문헌

1. J. H. Kim, J. Y. Yoon, and Y. H. Lee, *J. Korean Fiber Soc.*, **35**, 803(1998).
2. M. S. Kim and S. M. Park, *J. Kor. Soc. Dyers and Finishers*, **8**, 227(1996).
3. S. Y. Lin and P. C. Lin, *Chem. Pharm. Bull.*, **40**, 2491(1992).
4. D. Y. Chao, *J. Appl. Polym. Sci.*, **47**, 645(1993).
5. C. C. Park, H. J. Kom, and H. D. Kim, *J. Kor. Soc. Dyers and Finishers*, **7**, 15(1995).
6. G. S. Jeong, Microencapsulation of Fragrance by Interfacial Polymerization, M. S. Thesis, Chungbuk National University, 1995.
7. T. Ishizaka, K. Endo, and M. Koishi, *J. Pharm, Sci.*, **70**, 456(1981).



(a)



(b)



Figure 1. Optical micrographs($\times 200$) of emulsion and microcapsule containing toluene as a core material;
 (a) O/W emulsion, (b) 4,000rpm, (c) 6,000rpm, (d) 8,000rpm.



Figure 2. Optical micrographs($\times 200$) of emulsion and microcapsule containing toluene and joly mist as a core material(4,000rpm);
 (a) $\times 200$, (b) $\times 100$.

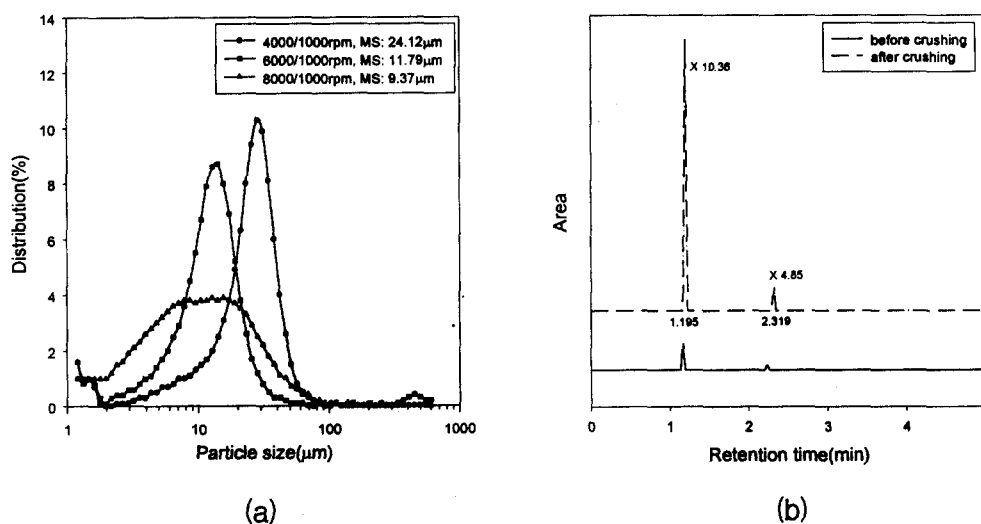


Figure 3. (a) Effect of emulsifying condition to the particle size distribution of microcapsule. (b) Gas chromatogram of polyamide microcapsule on cotton fabric before/after crushing.