

## Preparation of Microcapsules Containing Fragrant Oil and Its Application to Textile Finishing

Jun-Seok Hwang<sup>1</sup>, Jin-Nam Kim<sup>1</sup>, Young-Jung Wee<sup>2</sup>, Hwa-Won Ryu<sup>2</sup>  
Jong-Sun Yun<sup>3</sup>, Hong-Gi Jang<sup>4</sup>, Sun-Ho Kim<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Department of Material Chemical and Biochemical Engineering,

<sup>2</sup>School of Biological Sciences and Technology,

Chonnam National University, Gwangju 500-757, Korea,

<sup>3</sup>BioHelix, Naju, Jeonnam 520-811, Korea,

<sup>4</sup>Senoco Co., Jeonnam 520-330, Korea

Tel: +82-62-530-1842, Fax: +82-62-530-1869

### Abstract

The microcapsules containing fragrant oil as functional material were prepared by in-situ polymerization with prepolymer that was made from melamine-formaldehyde (MF) as wall material of microcapsules. The effects of polymerization variables, such as the nature and concentration of surfactants, stirring rate, and stirring time, on the size and distribution of the particles were investigated. Fourier transform-infrared spectroscopy (FT-IR), thermal analysis, particle size analysis, scanning electron microscopy (SEM) observation were used to investigate the characteristics of microcapsules. Through the FT-IR and SEM analysis, we found that the prepared microcapsules were containing fragrant oil and the shape of particle was spherical. The nature and concentration of surfactants, stirring rate, and stirring time had profound effects on the particle size and particle size distribution.

### Introduction

마이크로캡슐은 목적물질(심물질)을 그 고유의 화학적 성질 변화 없이 어떤 물질로 싸서 천천히 혹은 다른 외부자극에 의해 목적물질을 외부로 방출시키는 것

을 목적으로 만들어진 미소용기로 캡슐내부에 여러 기능성의 물질을 내포시킬 수 있다. 마이크로캡슐은 보통 직경이 마이크로미터( $\mu\text{m}$ )인 캡슐을 말하지만 제법이 원리적으로 동일하면 직경이 밀리미터(mm)나 나노미터(nm) 영역의 캡슐도 마이크로캡슐이라고 부른다. 캡슐의 벽 막을 형성하는 재료는 주로 천연 및 합성고분자이지만 반드시 고분자이어야 되는 것은 아니며 왁스류와 유기화합물도 벽 막의 재료로서 이용 가능하다. 심물질은 고체, 액체, 기체상의 모든 물질이 가능하다<sup>1,2,3</sup>. 역사적으로 살펴보면 1931년 프랑스의 Bungenburg de Jong에 의해서 co-acervation 공정으로 젤라틴 구형체의 제조에 관한 논문이 발표된 이후 1939년 미국의 NCR사(National Cash Register Co.)에서 NCR carbonless copying paper 개발의 연구과제가 시작되어 1954년에 제품개발이 완료된 후 산업화에 응용되었고, 그 이후 의학, 약학, 공학, 농학 등의 다른 많은 분야에 응용되고 있다. 또한 물리적 또는 화학적으로 불안정하거나 섬유에 대한 친화력이 약한 기능성 물질의 캡슐화를 통해 기능성 섬유를 제조할 수 있다<sup>4</sup>. 마이크로캡슐의 제조방법은 매우 다양하며 일반적으로 크게 화학반응을 이용하는 화학적 방법, 물리 화학적 변화를 이용하는 물리화학적 방법 그리고 물리적 또는 기계적 조작을 주로 이용하는 물리적 기계적 방법으로 분류할 수 있다. 방향물질을 함유한 마이크로캡슐 제조에는 in-situ 중합법과 계면중합법이 가장 많이 응용되고 있다<sup>5</sup>. 특히 in-situ 중합법은 반응시간의 단축, 높은 수율 및 고농도의 캡슐화 가능, 저렴한 제조비용, 캡슐화 단계조절 용이 등의 장점을 가지고 있다<sup>6</sup>. 본 연구에서는 고온에 안정하고 비교적 손쉬운 방법으로 빠른 시간 내에 제조가 가능한 멜라민-포름알데히드 수지를 벽물질로 사용하고 향 오일을 심물질로 이용하여 in-situ 중합법에 의해 마이크로캡슐을 제조하고 교반 속도 및 시간, 유화제의 농도, 유화제의 종류 등의 변화에 따른 마이크로캡슐의 크기 및 분포에 대해 알아보고자 하였다.

## Materials and Methods

### Materials

심물질로는 (주)보락에서 판매하는 박하유를 사용하였고, 벽물질로서 멜라민 (Aldrich, St. Louis, USA)과 37% 포름알데히드 수용액 (Sigma, St. Louis, USA)을 사용하였다. 유화제는 arabic gum (Dae Jung, Korea), sodium lauryl sulfate (Sigma-Aldrich, St. Louis, USA), tween 20 (Dae Jung)을 사용되었다.

## Preparation of Microcapsules

멜라민(1M)과 포름알데히드 수용액(3M)을 혼합한 후 pH를 8.7-8.9 정도로 조절한 다음 87-90℃에서 separation point에 도달할 때까지 교반하여 전구체를 제조한다. 동시에 유화제가 포함된 수용액에 일정량의 향 오일을 넣은 후 균질기(CAT X520D, Staufen, Germany)를 이용하여 고속으로 교반하여 O/W 에멀전을 제조한다. 제조된 에멀전에 수용액 상태의 전구체를 부가한 후 약 1시간 정도 반응시킨다. 이때 교반속도는 600 rpm이고 온도는 50℃이다. 응집을 방지하기 위해 poly(vinyl alcohol) (Wako, Japan) 수용액을 보호 콜로이드로 첨가한 다음 온도를 65℃로 유지하고 pH 6.0과 5.5에서 각각 30분간 반응시킨 후 pH를 다시 5.0으로 낮추어 1시간 반응을 실시한다. 캡슐이 형성되면 반응을 중지시키고 30% 에탄올과 증류수로 여러 번 세척 후 건조시킨다.

## Analysis

향 오일을 포함하는 마이크로캡슐의 형성여부는 FT-IR (Nicolet 520D, USA)을 통해 확인하였고, 마이크로캡슐의 형태는 SEM (JSM-5400, Japan)을 이용해 조사하였다. 그리고 캡슐의 크기와 분포도는 입도분석기를 이용하여 측정하였다.

## Results and discussion

박하유를 포함하고 있는 마이크로캡슐이 제조되었는지를 알아보기 위해 적외선 분광분석을 실시한 결과 박하유의 주성분인 menthol과 menthone의 특성피크와 벽물질로 사용된 멜라민 수지의 특성 피크가 모두 나타났다. 이를 통해 제조된 캡슐이 박하유를 함유하고 있음을 알 수 있었다. 현미경을 이용해 제조된 마이크로캡슐의 외형을 관찰한 결과 구형의 캡슐이 만들어졌음을 알 수 있었다 (Fig. 1). 그러나 예상과는 달리 캡슐의 응집현상이 나타났는데 이 문제는 캡슐의 제조공정 중 몇 가지 다른 조건을 통해 해결 할 수 있을 거라 생각된다. 이외에도 유화제의 농도 및 종류, 교반시간, 교반속도 등이 캡슐의 크기와 분포도에 영향을 미쳤음을 알 수 있었다. 따라서 향 오일을 함유한 마이크로캡슐을 제조할 수 있는 최적의 공정 조건을 확립하고, 이를 바탕으로 제조된 마이크로캡슐은 기능성 섬유제조에 이용할 수 있을 것이다.

### Acknowledgement

본 연구는 산업자원부의 지역혁신 인력양성사업의 연구결과로 수행되었음.

### Reference

1. Lee, Y.H., J.H. Kim, and J.Y. Yoon, "Preparation and Characterization of Aroma-Containing Polyurea Microcapsule" (2000), *Journal of the Korean Fiber Society*, **28(11)**, 712-720.
2. Park, S.J., Y.S. Shin, Y.T. Hong, J.R. Lee, and P.K. Park, "Preparation and Characterization of Urea-Formaldehyde Microcapsule Containing Fragrant Oil" (2000), *Journal of the Korean Fiber Society*, **37(12)**, 696-705.
3. Kim, I.H., J.B. Seo, and Y.J. Kim, "Preparation and Characterization Polyurethane Microcapsules Containing Functional Oil" (2002), *Polymer(korea)*, **26(3)**, 400-409.
4. Park, Y.H., N.J. Baek, and Y.J. Kim, "Preparation and Characterization of Microcapsules Containing Perfume Oil" (2001), *Journal of the Korean Fiber Society*, **28(11)**, 589-595.
5. Kim, H.R. and W.S. Song, "The Production of Microcapsules Containing Fragrant Material", (2002), *Journal of the Korean Fiber Society of Clothing and Textiles*, **26(5)**, 684-690.
6. Sung, J.H., D.K. Shin, J.G. Lee, and J.H. Kim, "Microencapsulation Process Using Melamine-Formaldehyde by In-Situ Polymerization" (1999), *Applied Chemistry*, **3(1)**, 33-36.

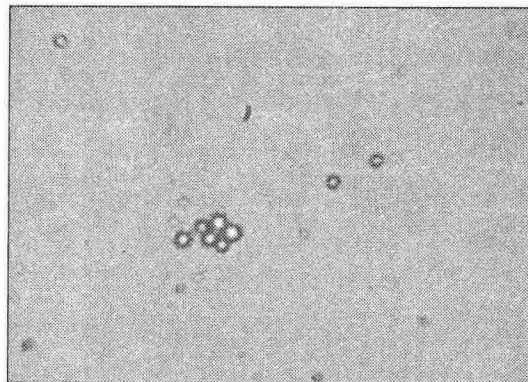


Fig. 1. The microphotograph of the microcapsules ( $\times 100$ ).