

상전이 물질을 함유한 폴리우레아 마이크로캡슐의 제조와 섬유복합소재에의 적용

김현진, 김혜인, 박수민

부산대학교 응용화학공학부 섬유공학과

1. 서 론

상전이물질(phase change material, PCM)은 상전이과정에 열을 흡수하거나 방출하게 되는데 이러한 열을 잠열(latent heat)이라고 하며 이 잠열은 현열(sensible heat)보다 매우 크다. 이러한 잠열의 열흡수/방출효과를 이용하면 적은 부피에 많은 에너지를 저장하거나 온도를 일정하게 유지시키는 목적으로 사용할 수 있다. 물질의 상전이 온도와 잠열량은 각 물질의 고유한 특성으로 물질마다 다른데, 사용목적에 따라서 적당한 물질을 선택하면 일상생활에 유용하게 이용할 수 있다. 그러나 PCM은 고체와 액체상태를 오가기 때문에 직물에 그대로 이용하게 되면 문제가 있다. 따라서 PCM을 미세캡슐화 함으로써 잠열저장물질을 모듈화 할 수 있으며 또한 원형의 캡슐화에 의해 열전달 면적을 최대화 함으로써 단시간에 외기의 온도변화에 대응할 수 있게 되어 효율적인 단열과 보온을 할 수 있고 또한 섬유에 대한 응용성도 향상시킬 수 있을 것이다.

따라서 본 연구에서는 심물질은 28.2℃에서 상변화를 일으키는 n-octadecane을 PCM을 선택하여 이용하였고 또한 벽물질은 폴리우레아를 벽재로 하여 계면중합법에 의하여 마이크로캡슐을 제조하였다. 제조과정에 일정 벽재량에 대한 심물질량을 변화시켜 캡슐 형성과정에 안정성을 비교하였으며 이로부터 형성된 캡슐의 크기와 분포, 표면형태 및 열용량과의 상관관계를 조사하였다. 또한 제조된 마이크로캡슐을 섬유복합체소재에 코팅 처리하여 열적특성을 조사하였다.

2. 실 험

2.1 시료 및 시약

마이크로캡슐을 제조하기 위하여 심물질은 n-octadecane (Lancaster Synthesis co.), 벽재로는 Methylene bis(p-cyclo-hexyl isocyanates)(H₁₂MDI)와 ethylene diamine(EDA), 보호콜로이드로는 poly(vinyl alcohol)(PVA, DP=1500, Junsei Chem., Japan), 촉매로는 dibutyltin dilaurate(DBTDL), 바인드는 수분산폴리우레탄을 사용하였으며 모든 시약은 1급 시약을 정제없이 그대로 사용하였다.

2.2 마이크로캡슐의 제조 및 섬유복합체의 가공

먼저 심물질 n-octadecane와 H₁₂MDI를 일정비율로 혼합한 후 PVA 수용액 250ml에 서서히 첨가하여 O/W emulsion을 제조한 후 EDA를 서서히 첨가 후 소량의 촉매, 소포제를 첨가한 후 70℃로 승온하여 2~3시간 반응시켜 PCM을 함유한 폴리우레아 마이크로캡슐을 형성시켰다. 제조된 마이크로캡슐 슬러리는 메탄올과 증류수로 여러번 수세하고 여과한 후 건조하였다. 마이크로캡슐 분말을 수분산 폴리우레탄 바인더에 질량비를 각각 1:25, 2:25 3:25, 4:25, 5:25로 하여 분산시킨 후 섬유복합체에 얇고 균일한 두께로 코팅 처리하였다.

2.3 분석 및 측정

상 안정성은 Turbiscan Lab (Formulation, France)을 이용하였고 제조된 캡슐 구조는 FT-IR spectrophotometer (Nicolet Impact 400D)을 사용하였으며, 입도 크기와 분포는 particle size analyzer(CIS-100 Image analyser, Galai Production Ltd., Israel)를 이용하였으며, 형태 및 표면 분석은 SEM(Hitachi S-4200, Hitachi Co, Japan)을 이용하였고 열용량은 DSC(220C Seico, Japan) 이용하여 측정하였다. 가공 처리된 섬유복합체 열적특성은 KES-F7 (Thermolabo II, Kato Tech. co., Ltd. Japan)을 사용하여 온도 20±2℃, 상대습도 65±5%, 풍속 10cm/sec에서 q_{max} 열전도도, 보온성을 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

Polyurea microcapsule의 흡수스펙트럼에서 2270cm⁻¹ 부근의 free NCO기에 의한 흡수피크의 소멸과 3300cm⁻¹ 부근의 NH와 1720cm⁻¹ 부근의 C=O 흡수피크로부터 확인할 수 있었다. 또한 2960~2840cm⁻¹ 부근에서 CH 신축진동에 의한 흡수피크, 1471cm⁻¹부근에서 CH₂ 굽힘 진동에 의한 흡수피크, 그리고 1370cm⁻¹부근에서 CH₃의 굽힘 진동에 의한 흡수피크가 polyurea microcapsule의 흡수스펙트럼에서도 존재하는 것을 알 수 있다. 따라서 옥타데칸을 함유한 폴리우레아 마이크로캡슐이 형성되었음을 확인할 수 있었다.

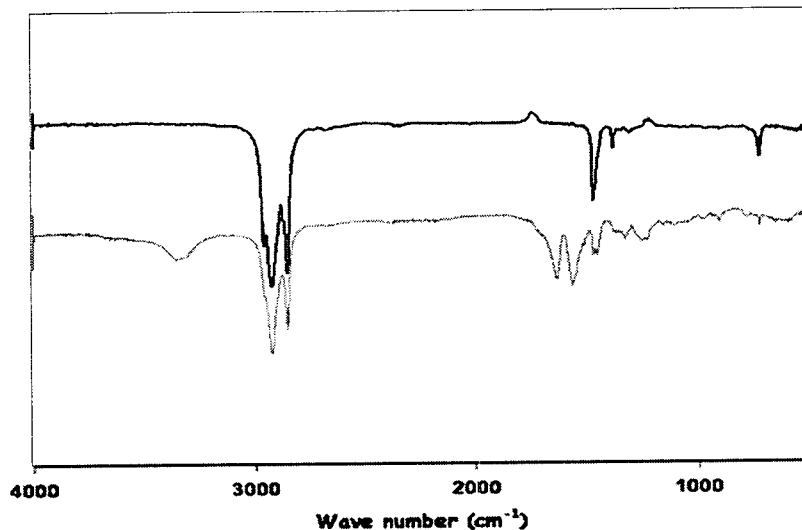


Fig.1. FT-IR spectra of octadecane and PCM polyurea microcapsule

마이크로캡슐 형성과정에 O/W emulsion의 안정성을 보면 심물질로만 emulsion 형성하였을 경우 creaming 현상만 나타났으나 폴리우레아 벽물질이 첨가된 경우에는 creaming현상뿐 아니라 응집(flocculation)현상도 나타남을 알수 있었다.

또한 형성된 마이크로캡슐의 평균 입경(volume size)을 측정한 결과를 보면 심물질의 함량이 증가함에 따라 평균입경이 감소하다가 core : wall=075:1 이후에는 다시 증가됨을 알수 있었다. 마이크로캡슐의 표면형태는 심물질 비율이 낮으면 둥글고 깨끗하지만 심물질량이 증가함에 따라 core : wall=1:1 이후에는 캡슐내부로 찌그러드는 형태가 부분적으로 존재함을 알수 있었다.

DSC로 측정한 마이크로캡슐의 열용량(ΔH_f)도 심물질 비율이 낮을 때는 심물질의 함량이 증가함에 따라 증가되지만 core : wall=1:1이후에는 변화가 거의 없으며 오히려 감소하는 것을 알수 있다.

제조된 마이크로캡슐을 상 안정성을 측정한 결과 심물질의 함량이 높을수록 상대적으로 creaming 속도가 빠르다는 것을 알수 있다.

4. 결 론

폴리우레아 벽물질이 첨가된 O/W emulsion 경우에는 creaming현상뿐 아니라 응집(flocculation) 현상도 나타나고 마이크로캡슐의 평균 입경은 심물질의 함량이 증가 함에 따라 평균입경이 감소하다가 075:1 이후에는 다시 증가하고 표면형태는 심물질 비율이 낮으면 둥글고 깨끗하지만 core : wall=1:1 이후에는 캡슐내부로 찌그러드는 형태가 부분적으로 존재한다. 마이크로캡슐의 열용량(ΔH_f)도 심물질의 함량이 증가함에 따라 증가되지만 core : wall=1:1이후에는 변화가 거의 없다.

참고문헌

1. M. Meiji, S. Sei, Japan Pat., 2003-268680 (2003)
2. Y. Hisao, Y. Takeshi, N. Shinji, Japan Pat., Japan Pat., 1993-272069 (1993)
3. H. S. Moon, Japan Chemical Fibers Monthly, 89, 105 (1991)
4. K. Mitsuaki; T. Hiroyuki; H. Sumio, Japan Pat., 1998-331051 (1998)
5. Kazunori Ishikawa, "Recent Development of Reactive Polymers", CMC, PP 186-198 (2000)
6. Shoji Ichinohe, "Research and Development of Polymer Additives", CMC, PP 125-139 (2002)