

# 수성물질 함유 폴리스티렌 마이크로캡슐의 제조와 섬유에의 응용

홍기정, 박수민

부산대학교 섬유공학과

## 1. 서언

마이크로캡슐은 지름이  $\mu\text{m}$  영역내에 있는 미소용기이다. 함입하고자 하는 심물질과 천연 및 합성고분자로 이루어진 벽재로 구성된다. 이들 마이크로캡슐은 그 제법, 조건, 마이크로캡슐의 직경 등에 따라 기능이 달라지므로 이들의 요인을 변화시키면 심물질의 외부환경에 대한 안정성 또는 심물질의 외부환경으로의 방출속도를 임의로 조절할 수 있다<sup>1-3</sup>.

섬유산업에서도 마이크로캡슐화를 이용하여 각종 기능성 물질을 함입시키는 가공기술이 이루어지고 있는 실정이다. 변색성 섬유, 방향성 및 산립욕 섬유, 소취성 섬유, 항균성 섬유 등이 개발되고 있다. 한편 본 실험에 사용된 폴리스티렌에 의한 마이크로캡슐화는 액중건조법의 대표적인 예로서 이에 대한 연구가 다수 행해져 오고 있다<sup>4-8</sup>. 폴리스티렌 마이크로캡슐은 함입하고자 하는 기능성 물질이 수성타입을 취할 때 유효한 벽재로서 사용되어질 수 있으며, 따라서 본 실험에서는 각종 파라메타에 따른 마이크로캡슐을 제조하고 그 특성을 조사하였다. 또한 제조된 마이크로캡슐의 안정성 및 섬유에의 부착실험을 행하여 기능성 섬유로의 가능성을 모색하였다.

## 2. 실험

### 2.1 시료 및 시약

마이크로캡슐의 벽재제조를 위해서는 폴리스티렌, 디클로로메탄을, 심물질로는 5% 합성향료 수용액 및 10% NaCl 수용액을, 유화제로는 젤라틴, sodium lauryl sulphate를 사용하였다. 그외에 pH 조정용 시약을 사용하였다.

### 2.2 폴리스티렌 마이크로캡슐의 제조

#### 2.2.1 마이크로캡슐의 제조

4g의 폴리스티렌을 2.5%의 유화제를 넣은 40ml의  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ 에 용해시켰다. 이 용액에 10% NaCl 수용액 12ml를 첨가하여 5분간 강하게 유화하였다. 이후 과량의 물을 첨가하여 10분간 계속 교반하고 40℃까지 승온시켜 120분간 교반하여 용매를 제거하였다. 제조된 현탁액을 여과, 세척, 건조하여 수성액을 함유한 폴리스티렌 마이크로캡슐 파우더를 제조하였다.

#### 2.2.2 마이크로캡슐의 형태 및 성질

여러가지 조건을 달리하여 제조된 마이크로캡슐의 형태 및 표면은 SEM(JSM-5400)을, 입도분포는 입도분석기(Galai CIS-100 Image analyser)를 사용하여 조사하였다. 마이크로캡슐의 열적 특성을 조사하기 위해 DSC(DSC Mettler Model TA-3000)를 측정하였다.

### 2.3 폴리스티렌 마이크로캡슐의 섬유부착

마이크로캡슐 농도 10%(o.w.f.), 바인더 농도 5%(o.w.f.), 욕비 20:1로 하여 정련된 면직물을 첨가한 후, 상온에서 10분간 침지하고나서 70℃에서 20분간 교반하였다. 이것을 수세, 건조하여 폴리스티렌 마이크로캡슐이 부착된 면직물을 제조하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 폴리스티렌 마이크로캡슐의 구조와 성질

##### 3.1.1 마이크로캡슐의 구조

폴리스티렌 마이크로캡슐에 대한 FT-IR spectra를 fig. 1에 나타내었다. (A)는 5% 합성향 수액, (B)는 폴리스티렌, (C)는 상기 두 물질을 이용하여 제조한 폴리스티렌 마이크로캡슐을 나타낸 것이다. 그림에서도 볼 수 있는 바와 같이  $3350\text{cm}^{-1}$ ,  $1465\text{cm}^{-1}$ 에서 (A)의 용매피크가 보여지며, (B)의 경우  $750\text{cm}^{-1}$ 와  $690\text{cm}^{-1}$ 부근의 강한 밴드와,  $3100\text{cm}^{-1}$ 와  $3000\text{cm}^{-1}$ 사이에 C-H 신축진동이 나타난다. 또한 생성된 마이크로캡슐에 있어서는 (A), (B)의 특성피크가 모두 나타나는 것으로부터 수성물질을 함유한 폴리스티렌 마이크로캡슐이 제조되었음을 알 수 있었다.

##### 3.1.2 마이크로캡슐의 성질

Fig. 2는 마이크로캡슐의 열적 성질을 알아보기 위한 DSC 결과를 나타낸 것이다. 약  $65^\circ\text{C}$  부근에서 폴리스티렌의 Tg로 여겨지는 피크가 보여지며  $153^\circ\text{C}$ 에서 Tm의 피크가 보여지고 있으며,  $371^\circ\text{C}$ 부근에서는 탄화점으로 여겨지는 각각의 흡열피크가 나타나고 있다. 그런데 폴리스티렌 마이크로캡슐의 Tg 및 Tm의 온도가 폴리머 자체의 그것보다 낮아졌음을 볼 수 있는데 이는 저분자인 심물질이 가소화현상을 일으켰기 때문으로 여겨진다.

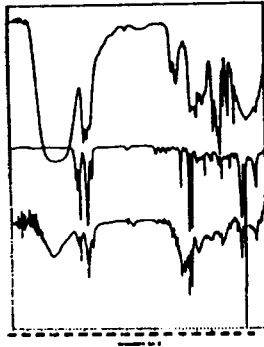


Fig. 1. FT-IR spectra of (A) tree-aroma aqueous solution, (B) polystyrene, and (C) solution containing polystyrene microcapsules

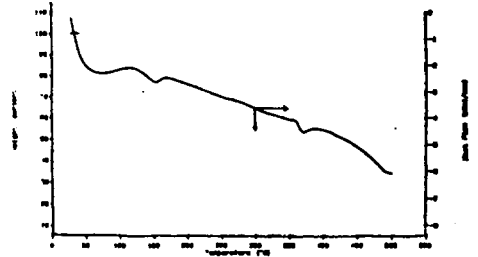


Fig. 2. DSC thermogram of polystyrene microcapsules

#### 3.2 마이크로캡슐의 제조특성

##### 3.2.1 마이크로캡슐의 형태와 입도분포

상기 제조방법에 의해 생성된 수성물질 함유 폴리스티렌 마이크로캡슐의 입도분포 결과물 fig. 3에 나타내었다. 평균 입경은  $1.03\mu\text{m}$ 를 보이고 있어 섬유를 비롯한 각종 기질에의 부착이 용이할 것으로 여겨진다. 또한 Fig. 4에서 볼 수 있듯이 공극률이 매우 낮은 편평한 표면을 나타내고 있다.

##### 3.2.2 교반시간에 따른 영향

교반시간을 달리하여 제조한 폴리스티렌 마이크로캡슐의 입도분석을 행하여 fig. 5에 나타내었다. 교반시간이 각각 60분, 120분, 240분으로 하여 제조된 캡슐들의 입경은 각각 1.14, 1.18,  $1.22\mu\text{m}$ 를 보이고 있다. 이것은 폴리스티렌 폴리머가 교반시간의 증가에 따라 두께안정성을 가질 수 있는 막을 형성하여가기 때문으로 생각되어지며 대부분 1차 에멀전의 크기에 의해 입자의 최종입경이 결정되므로 시간의 증가에도 큰 차이는 나타나지 않는다.

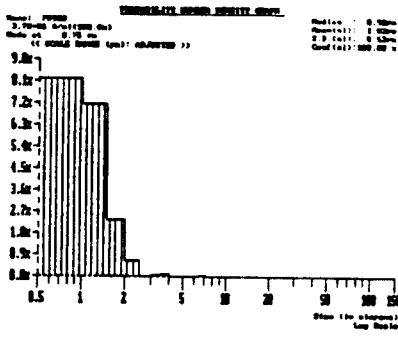


Fig. 3. Particle size distribution of polystyrene microcapsules

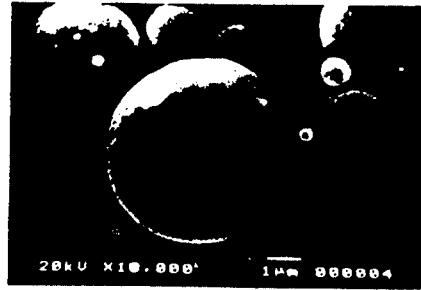


Fig. 4. SEM photographs of polystyrene microcapsules [(A)×3,500 (B)×10,000]

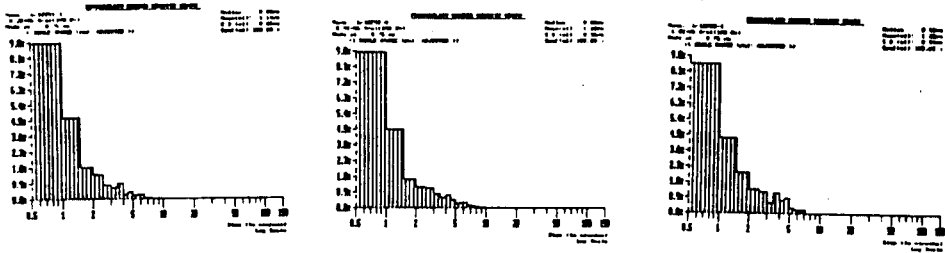


Fig. 5. Particle size distribution of microcapsules prepared with various stirring time [(A) 60min, (B) 120min, (C) 240min]

### 3.2.3 Stabilizer에 따른 영향

1차 유화시 안정제로서 2.5% 젤라틴과 2.5% sodium lauryl sulphate(이하 SLS라 함)를 각각 사용한 경우의 입도 분포를 조사하였다. Fig. 6에서와 같이 안정제로 젤라틴을 사용했을 때는 그 입경이 1.58 $\mu$ m로서 SLS로의 1.03 $\mu$ m보다 크울 알 수 있다. 이것은 입체적 안정제로 사용되는 젤라틴과는 달리 정전기적 척력에 의해 유화작용을 일으키는 SLS의 사용이 더욱 균일한 마이크로캡슐 제조를 가능하게 하는 것으로 여겨진다. Fig. 7에는 젤라틴 안정제로 제조된 캡슐의 형태를 나타내었는데 불균일한 캡슐들이 많이 보이며, 구상의 막형태를 유지하지 못하고 파괴된 입자들도 보여지며 특히 캡슐표면에 큰 흠이 관찰되었다.

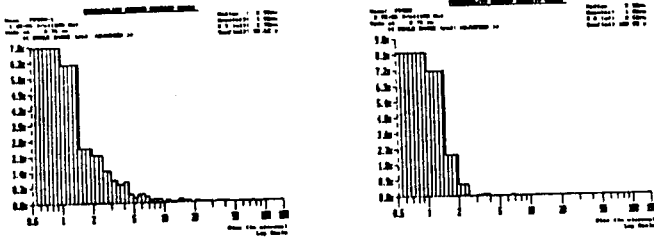


Fig. 6. Particle size distribution of microcapsules prepared with various stabilizers [(A) gelatin, (B) SLS]

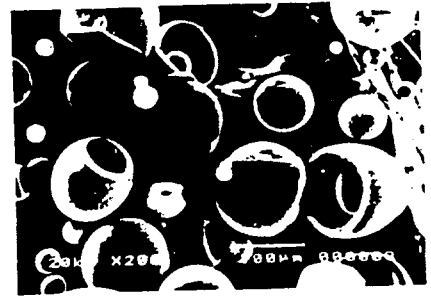


Fig. 7. SEM photograph of microcapsules prepared with stabilizer gelatin

### 3.2.4 유화제 농도에 따른 영향

Fig. 8에서와 같이 유화제인 SLS의 농도를 각각 2.5, 5.0 그리고 7.5%로 하여 제조하였을 때의 평균입경은 각각 1.03, 0.76 그리고 0.75 $\mu\text{m}$ 을 나타내었다. 즉 유화제 농도를 증가시킬수록 생성된 마이크로캡슐의 입경은 감소하였다. 그러나 5.0%와 7.5%으로 제조된 입경에는 그다지 큰 차이를 보이지 않고 있다.

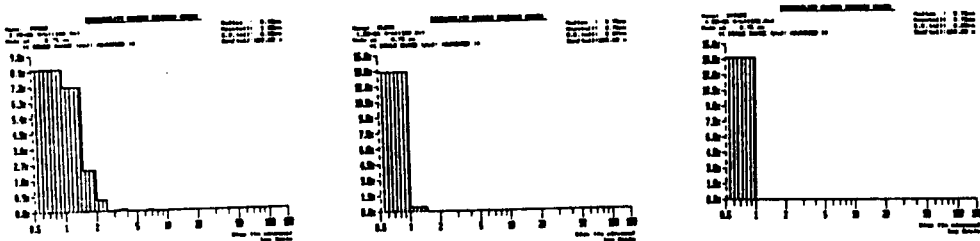


Fig. 8. Particle size distribution of microcapsules prepared with various stabilizer concentration [(A) 2.5%, (B) 5.0%, (C) 7.5%]

### 3.3 수성물질 함유 마이크로캡슐의 섬유부착

수성액을 함유하는 폴리스티렌 마이크로캡슐 파우더를 이용하여 섬유에의 부착실험을 행하였다. Fig. 9에는 섬유부착 이후의 SEM사진을 나타내었다. 일반적으로 0.01 $\mu\text{m}$ -5 $\mu\text{m}$ 의 입경을 가진 마이크로캡슐 입자가 섬유에 부착되어 있음을 볼 수 있다.

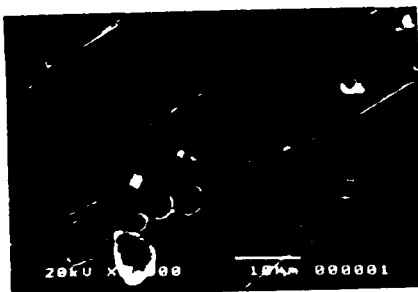


Fig. 9. SEM photograph of cotton fabric applied with polystyrene microcapsules

#### 4. 결론

심물질로서 수성타입의 기능성 물질을 함유할 수 있는 폴리스티렌 마이크로캡슐을 제조하여 IR spectra 및 DSC, TGA를 통해 확인하였다. 유화시 입체적 안정제인 젤라틴보다는 정전기적 안정제인 SLS으로 제조한 캡슐입자가 더욱 균일하고 매끈한 표면을 보였다. 또한 섬유에의 부착실험을 행하였다. 폴리스티렌 벽재는 수성타입의 기능성 물질을 보존 및 외계와의 차단용기로서 사용될 수 있으므로 여기까지 감성기능성 섬유의 제조가 가능할 것으로 여겨진다.

#### 참고문헌

1. Y. Jelsenjak et al., Acta Pharm. Jugosl., 38, 297-305(1988)
2. J. R. Nixon and K. T. Wong, International J. of Pharmaceutics, 50, 205-212(1989)
3. E. Mathiowitz and M. D. Cohen, Journal of Membrane Science, 40, 55-65((1989)
4. Y. Almog and M. Levy, Journal of Polymer Science : Polymer Chem. Ed., 19, 115-126(1981)
5. M. Kamiyama et al., Journal of Applied Polymer Science, 50, 107-113(1993)
6. D. Zou et al., Journal of Polymer Science : Polymer Chemistry, 28, 1909-1921(1990)
7. J. W. Goodwin et al., Brit. Polym. J., 5, 347(1973)
8. J. W. Goodwin et al., Colloid Polym. Sci., 252, 464(1974)