

PCM 마이크로캡슐을 이용한 열조절 섬유소재 개발 (I)  
- 코아세르베이션법을 이용한 마이크로캡슐의 제조 및 특성분석 -

신윤숙, 손경희, 조은경  
전남대학교 의류학과

Development of Thermoregulating Textile Materials with  
Microencapsulated Phase Change Materials (I)  
-Preparation and Characterization of Microcapsules by Coacervation-

Younsook Shin, Kyounghee Son, Eunkyuon Cho

Department of Clothing and Textiles, Chonnam National University, Gwangju, Korea

1. 서 론

상변화물질(phase change material, PCM)은 외부온도변화에 따른 상변화에 따라 흡열과 방열성을 반복적으로 나타내는 물질로서 건축, 우주항공분야 등에서 열전달매체나 열조절시스템에 응용되어 왔다. 이러한 PCM의 응용방법은 PCM을 미세한 입자(직경이 약 100 $\mu$ m)로 만들어 직접 운반유체 속에 분산시켜 이용하거나, PCM을 심물질로 하는 마이크로캡슐을 제조하여 이용하는 방법을 들 수 있다. 의복에 적용되어진 PCM 마이크로캡슐은 외부 환경온도의 변화에 의해 상변화를 일으킬 것이며, 상변화에 따른 PCM 마이크로캡슐의 열흡수나 열방출은 인체에 냉각 및 보온 효과를 부여하여 착용자의 열적 쾌적성을 향상 시킬 것이다.

본 연구에서는 열조절섬유 개발을 위한 기초실험으로 복합 코아세르베이션법을 이용하여 PCM 물질을 함유하는 마이크로캡슐을 제조하고 특성을 분석하였다.

2. 실험

2.1 마이크로캡슐의 제조

젤라틴 수용액에 계면활성제 NP-10(nonylphenoxy polyethoxyethanol)을 넣어 충분히 녹인 후 심물질로 에이코산을 첨가하여 유화 분산시켰다. 여기에 아라비아고무 수용액을 넣어 같은 속도로 교반하였다. 이후 교반속도를 낮추고 증류수를 첨가하여 용액을 희석시키고 pH를 4.25(10% 아세트산수용액)로 조절하였다. 이후 저온에서 일정시간 교반하였으며, 포름알데하이드와 글루타알데하이드를 사용하여 마이크로캡슐을 경화시켰다. 형성된 슬러리 상태의 마이크로캡슐은 다양한 방법을 이용하여 분말화 하였으며, 각 실험들의 변수는 Table 1과 같다.

## 2.2 마이크로캡슐의 특성 분석

마이크로캡슐의 형성을 확인하기 위하여 FT-IR(FT-IR-430, JASCO, Japan) 분광 분석을 행하였으며, 마이크로캡슐의 형태는 광학현미경(AFX-II, Type-104, Nikon, Japan)과 주사전자현미경(SEM: JSM- 5400, JEOL Inc., Japan)으로, 마이크로캡슐의 크기분포는 입도분석기(Luzex Model 500)로 관찰하였다. 시차열분석기(DSC: DSC 2920, TA Instrument, USA)를 사용하여 마이크로캡슐의 열용량 및 상변화 온도범위를 측정하고, 다음 식에 따라 마이크로캡슐의 충전율을 계산하였다.

$$\text{충전율 (\%)} = (\text{마이크로캡슐의 } \Delta H_f / \text{에이코산의 } \Delta H_f) \times 100$$

## 3. 결과 및 고찰

**마이크로캡슐의 형성 확인:** 제조한 마이크로캡슐의 FT-IR 스펙트럼을 Figure 1에 나타내었다. 심물질을 함유한 마이크로캡슐의 스펙트럼 (c)에서, 코아세르베이트의 스펙트럼 (a)에서 관찰되어진 아라비아고무의 COO 비대칭 신축진동( $1654\text{cm}^{-1}$ )과 젤라틴의 N-H'의 변형에 의한 흡수대( $1560\text{cm}^{-1}$ )를 관찰할 수 있으며,  $2950\sim 2840\text{cm}^{-1}$ ,  $1471\text{cm}^{-1}$ ,  $1370\text{cm}^{-1}$ 에서 에이코산 스펙트럼 (b)의 특성피크를 볼 수 있다. 이로부터 젤라틴과 아라비아고무가 정전기적 인력에 의해 결합하여 polyion complex로 되면서 에이코산을 심물질로 함유하는 마이크로캡슐을 형성함을 확인할 수 있었다.

**마이크로캡슐의 크기분포:** Table 2에 제조조건에 따른 마이크로캡슐들의 평균입자크기를 나타내었으며, 다른 제조 조건들이 마이크로캡슐의 평균크기에 영향을 줌을 알 수 있었다.

**마이크로캡슐의 외형 확인:** 제조 및 분말화 조건에 따라 마이크로캡슐의 외형은 다르게 나타났으며, 이중 스프레이 건조에 의한 SEM 사진을 Figure 2에 제시하였다.

**마이크로캡슐의 열용량:** 제조 및 분말화 방법에 따라 마이크로캡슐들의 심물질의 충전율이 다르게 나타나고 있으며(Table 3), 일반적으로 SEM 관찰에서 함몰되지 않은 둥근 형태의 마이크로캡슐이 뭉치지 않고 존재할수록 높게 나타났다.

## 4. 결 론

FT-IR 분석을 통하여 심물질을 함유하는 마이크로캡슐이 제조됨을 확인하였으며, 계면활성제는 마이크로캡슐의 평균입자크기를 매우 감소시킴을 알 수 있었다, 슬러리 상태의 마이크로캡슐들은 둥근 구 형태를 지녔으며, 이를 분말화하는 방법 중에는 스프레이 건조법이 가장 효율적인 건조방법으로 나타났다. 마이크로캡슐의 충전율은 함몰되지 않은 둥근 구 형태의 마이크로캡슐이 뭉치지 않고 존재할수록 높게 나타났다.

## 5. 참고 문헌

- 1) E. S. Choi, and J. W. Kim, *Journal of the Research Institute of Industrial Technology*, **16**, 173(1997).
- 2) Ronald L., and Dale E., *U. S. Patent*, 5,435,376(1995).
- 3) H. Shim, E. A. McCullough, and B. W. Jones, *Textile Reearch Journal*, **71**,

495(2001).

- 4) G. F. Palmieri, D. Lauri, S. Martelli, and P. Wehrle, *Drug Development and Industrial Pharmacy*, **25**, 399(1999).

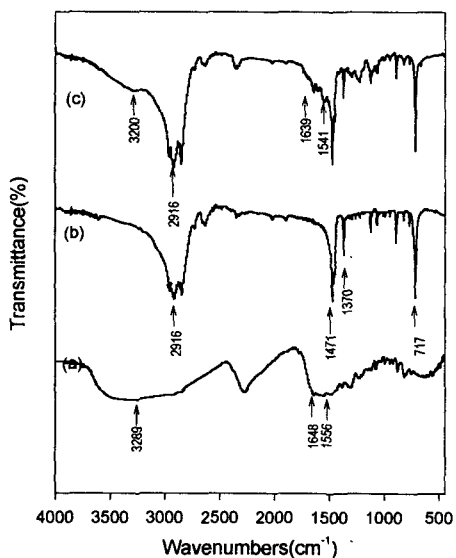
**Table 1.** Conditions of coacervation process

| Conditions<br>Sample Code | NP-10 | Eicosane<br>(g) | Stirring speed<br>(rpm) | Formation<br>Temp.(°C) | Hardness reagent           |
|---------------------------|-------|-----------------|-------------------------|------------------------|----------------------------|
| Coa-1                     | ×     | 5               | 6,000                   | 40                     | formaldehyde <sup>1)</sup> |
| Coa-2                     | ○     | 5               | 6,000                   | 40                     | formaldehyde <sup>2)</sup> |
| Coa-3                     | ○     | 5               | 6,000                   | 40                     | glutaraldehyde             |
| Coa-4                     | ○     | 10              | 6,000                   | 40                     | glutaraldehyde             |
| Coa-5                     | ○     | 20              | 6,000                   | 40                     | glutaraldehyde             |
| Coa-6                     | ○     | 10              | 6,000                   | 50                     | glutaraldehyde             |
| Coa-7                     | ○     | 10              | 6,000                   | 60                     | glutaraldehyde             |
| Coa-8                     | ○     | 10              | 3,000                   | 60                     | glutaraldehyde             |

<sup>1)</sup> 0.5ml, <sup>2)</sup> 1.0ml

**Table 2.** Mean particle size of microcapsule prepared with coacervation.

| Sample Code            | Coa-1 | Coa-2 | Coa-3 | Coa-4 | Coa-5 | Coa-6 | Coa-7 | Coa-8 |
|------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Mean Particle Size(μm) | 19.18 | 2.02  | 1.80  | 2.11  | 10.45 | 9.07  | 4.93  | 5.17  |

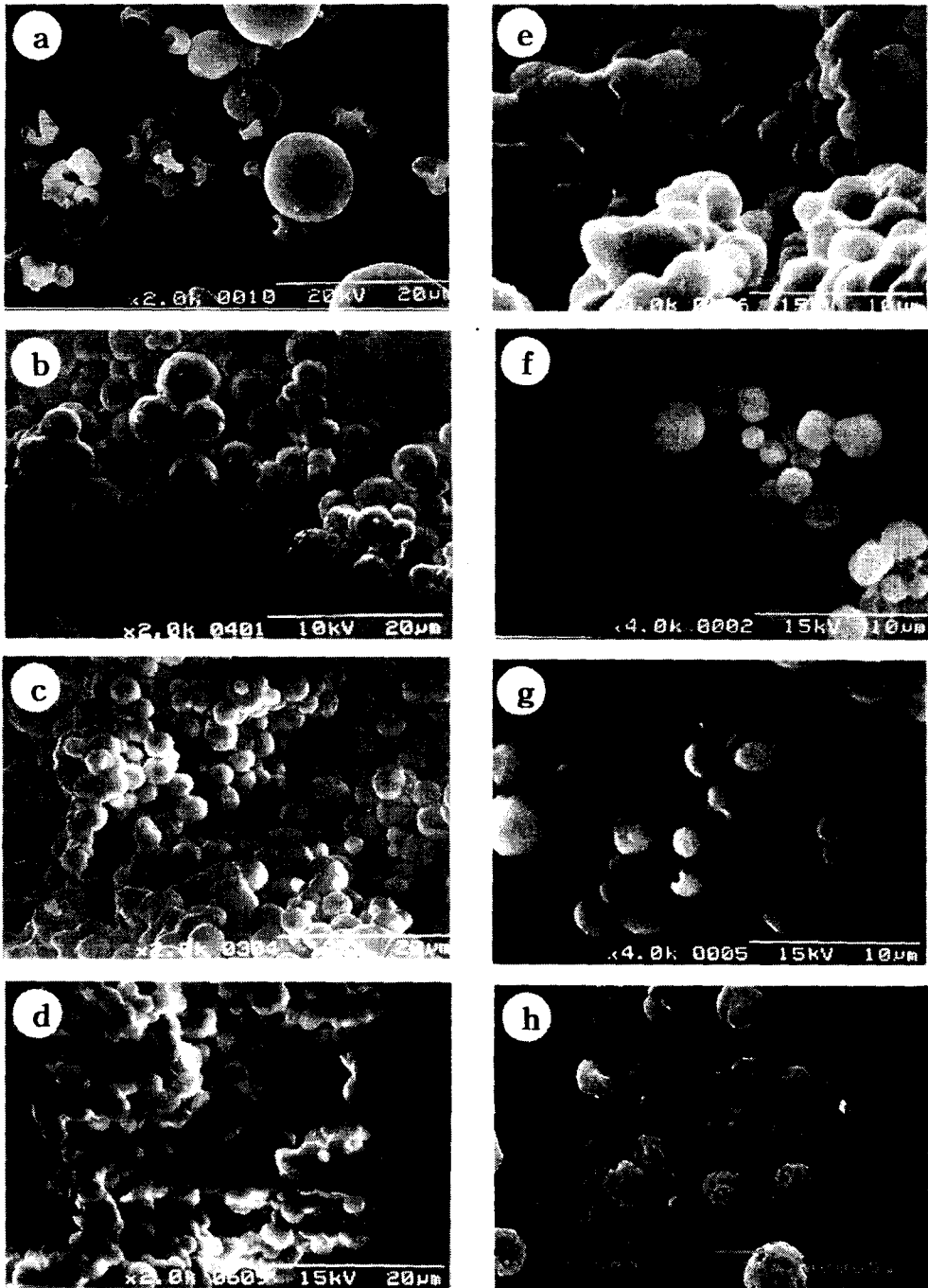


**Figure 1.** FT-IR spectra of (a) coacervate (b) eicosane, and (c) microcapsule.

**Table 3.** Thermal characteristics of microcapsules

| Sample Code | Drying method | Filling rate (%) |
|-------------|---------------|------------------|
| Eicosane*   | -             | -                |
| Coacervate  | Spray (150°C) | -                |
| Coa-1       | Spray (150°C) | 45               |
| Coa-2       | Spray (150°C) | 14               |
|             | Spray (120°C) | 24               |
|             | Dehydration   | 5                |
|             | Freeze        | 21               |
| Coa-3       | Spray (150°C) | 27               |
| Coa-4       | Spray (150°C) | 40               |
| Coa-5       | Spray (120°C) | 14               |
| Coa-6       | Spray (150°C) | 36               |
| Coa-7       | Spray (150°C) | 47               |
|             | Spray (120°C) | 31               |
| Coa-8       | Spray (120°C) | 32               |

\*ΔH<sub>f</sub> (263.7J/g), T<sub>m</sub> (36.3°C)



**Figure 2.** SEM photographs of microcapsules with spray-drying;  
(a) Coa-1(inlet temp. 150℃), (b) Coa-2(inlet temp. 120℃), (c)Coa-2(inlet temp. 150℃),  
(d) Coa-3(inlet temp. 150℃), (e) Coa-4(inlet temp. 150℃), (f) Coa-7(inlet temp. 120℃),  
(g) Coa-7(inlet temp. 150℃), (h) Coa-8(inlet temp. 120℃).