

이소시아네이트를 이용한 상전이 물질이 포함된 마이크로 캡슐의 열안정성 향상 및 특성 분석

금창현, 조창기*

기능성고분자설계합성연구실, *한양대학교 섬유고분자공학과

Characterization and Thermal Stability Improvement of Melamine-formaldehyde Microcapsules Containing Phase Change Material by Diisocyanate

Chang Hun Kum and Chang Gi Cho*

Center for Advanced Functional Polymers

*Department of Fiber & Polymer Engineering, Hanyang University, Seoul, Korea

1. 서론

마이크로캡슐이란 shell안에 특성 물질인 core를 포함하고 있는 구형 모형의 미세입자를 말한다. 보통 50nm~2000 μ m의 크기를 가지며 core의 물질에 따라서 화장품, 섬유, 건축자재, 의약품등에 쓰이고 있다. [1] 본 실험에서는 상전이 물질이 포함된 마이크로캡슐을 제조 하였으며, Shell 물질로는 열적 안정성, 내가수분해성 그리고 내약품성 등이 뛰어난 Melamine-formaldehyde 수지를 선정 하였다.[2] 온도 감응형 섬유에 적용하기 위해서 core 물질을 octadecane으로 선정하여 실험 하였으며, octadecane은 상전이 온도가 28 $^{\circ}$ C로 상온에서도 쉽게 상전이가 발생하여 섬유의 온도 조절에 유리한 점을 가지고 있다. 본 실험에서는 melamine-formaldehyde로 제조된 마이크로캡슐에 diisocyanate를 이용하여 마이크로캡슐의 열적 특성을 향상 시키고자 하였다.

2. 실험

2.1. 시약

Shell material인 Melamine-formaldehyde polymer를 만들기 위해서 melamine과 formaldehyde 를 Samchun chemical에서 구입하여 사용하였고, core 물질인 octadecane은 Sigma-Aldrich사에서 구입하여 사용 하였다. 실험의 pH 조절을 위해 사용된 Sulfuric acid 와 Sodium carbonate는 Samchun chemical에서 구입하여 사용 하였다, 비이온계 유화제인 NP-9은 Sigma-Aldrich 사에서 구입하여 사용 하였다. 또한 isocyanate는 TDI, MDI 그리고 IPDI를 사용하였으며, 이것은 Sigma-Aldrich 사에서 구입 하였다.

2.2. Microcapsule의 제조

500ml 등근 플라스크에 condenser 와 mechanical stir를 설치 한 후, Melamine, formaldehyde 와 증류수를 넣어 60 $^{\circ}$ C에서 400rpm으로 교반 하여 methylomelamine을 제조 하였다. Emulsion phase는 Homomixer에 NP-9, 증류수 그리고 octadecane을 넣어 3분간 1000rpm으로 homogenizer를 실시하여 획득 하였다. Methylomelamine의 pH를 조절하여 Emulsion phase를 추가한 다음, 일정 시간 반응 시켜 마이크로 캡슐의 형태를 만들었다. 그 후, 이소시아네이트를 일정량 추가한후 추가 반응을 시켜 마이크로 캡슐을 제조 하였다.

2.3. 분석

제조된 microcapsule의 shell형성을 확인 하기 위해서 core 물질을 추출한 후 FT-IR로 비교, 분석을 실시 하였 으며, microcapsule의 사이즈와 형태는 optical microscopy 와 SEM 을 이용하여 확인 하였다. 또한, core content 및 encapsulation efficiency를 확인 하기 위해 DSC를 측정 하였으며, TGA 를 사용하여 microcapsule의 열적 안정성을 확인 하였다.

3. 결과 및 고찰

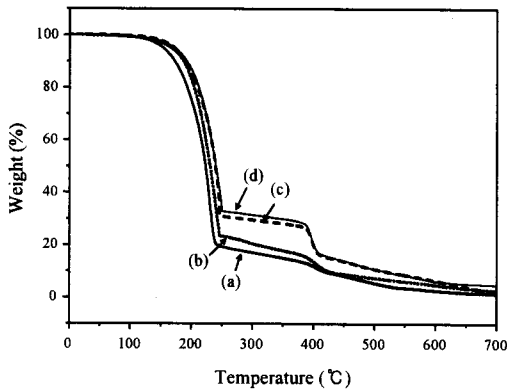


Figure 1. TG diagram of microcapsule by varying TDI weight (a) 0g (b) 0.5g (c) 1g (d) 2g

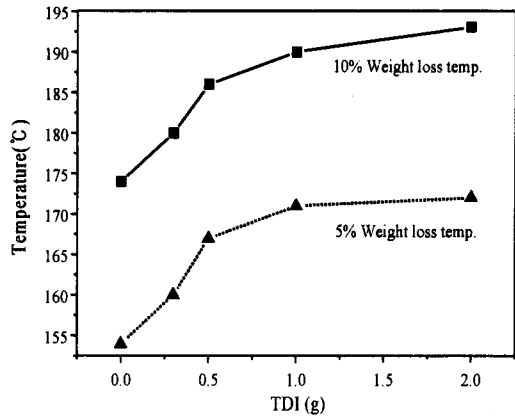


Figure 2.. Microcapsule weight loss temperature by TDI weight

Figure 1은 melamine-formaldehyde 마이크로캡슐에 이소시아네이트를 추가하여 반응 시킨 마이크로캡슐의 TG diagram으로, Figure에서 보듯이 순수 melamine-formaldehyde 마이크로캡슐에 비하여 weight loss 온도가 증가 됨을 볼 수가 있다. 특히 Figure 2를 보면 10% weight loss 온도를 보면 175°C에서 이소시아네이트를 첨가 할수록 증가를 weight loss 온도가 증가를 하지만 TDI양이 1g이상 이 되면 크게 변화가 없음을 알 수가 있었다.

4. 결론

Melamine 과 formaldehyde의 중합을 통해 melamine-formaldehyde microcapsule을 제조 하였 으며, prepolymer 일때의 pH를 조절 하여 microcapsule의 encapsulation efficiency 및 shell yield의 변화를 확인 하였다. 또한 형성된 마이크로캡슐은 SEM과 Optical microscope를 통하여 크기를 확인 하였 고, 그 크기는 약 1 μ m 전후로 나타났 다. 또한 이소시아네이트의 구조에 따름 TGA의 weight loss temperature를 확인 하였 고, 이소시아네이트의 첨가량에 따라 TGA 곡선의 변화를 확인하였다.

참고 문헌

- 1) Dong Sun Lee, Chang Gi Cho Journal of the Korea Fiber Society vol 39, No 5, 2002, p525~531
- 2) H. Y. Lee, S. J. Lee, I. W. Cheong and J. H. Kim J. Microencapsulation vol 19, No 5 2002, p 559~569