

수중유형 Microemulsion 의 유동학적 연구

민신홍 · 양중익 · 권종원 · 정대식 · 정업

동아제약연구소

(1987년 2월 11일 접수)

Rheological Study on Oil in Water Microemulsion

Shin Hong Min, Joong Ik Yang, Jong Won Kwon,
Dae Sik Jeong and Yeoub Jeong

Research Laboratories of Dong-A Pharm. Co., Ltd.

(Received February 11, 1987)

To optimize the preparation condition of oil in water microemulsion rheological method was used. The viscosity-temperature curve of refined soybean oil was recorded and from this result microemulsion was prepared at various temperatures and evaluated by Coulter counter during 3 weeks. The difference in rheograms of crude emulsion and the microemulsion varying the number of passes in the homogenizer was also examined. From above experiments following conclusions were obtained. 1) Through all the process, temperature was an important factor and the optimum was 60-80°C. 2) By first pass in the homogenizer, most oil droplets were finely dispersed. 3) In the homogenizing step the higher pressure results in the finer dispersion but as the pressure goes up, the differential efficiency of dispersion was decreased.

안정한 microemulsion 을 제조하기 위해서는 유화제의 종류, 농도 및 기타 첨가제 등에 대한 고려가 선행되어야 하지만^{1~3)} 확정된 처방에 대한 기계적 조건의 최적화도 동 제제의 안정성에 지대한 영향을 준다고 할 수 있다.

저자 등은 high shear mixer 및 high pressure homogenizer 를 이용하여 수중유형 microemulsion 을 제조하고 이를 photographic microscope 및 Coulter counter 를 이용하여 평가한 바를 보고한 바 있는데⁴⁾ 본 연구에서는 평가수단으로서 rheological method^{5~7)} 를 추가하여 제조공정이 microemulsion 의 물성에 미치는 영향을 고찰하였다.

실험방법

재료 및 시약

대두유(K.P.), egg phosphatide(Asahi Chemical), 수산화나트륨(K.P.), 에탄올(E. Merck) 및 Isoton II(Coulter Electronics) 등을 사용하였다.

기기

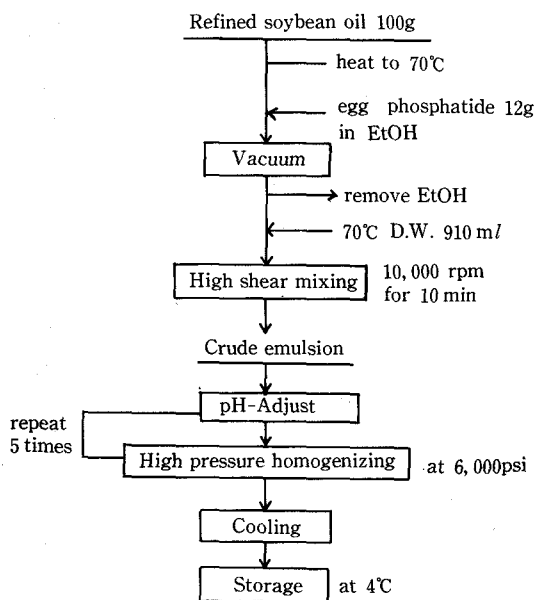
high shear mixer(Mizuho PVQ-3), high pressure homogenizer(Manton Gaulin 15M-8 TA), Coulter counter(Coulter Electronics, model ZM), photographic microscope(Olympus Optic Co.) 및 rheometer(Contraves rheomat 115 with rheoscan 100)를 사용하였다.

대두유의 정제⁴⁾

alkali refining 및 winterizing process 에 의하여 정제하였다.

Microemulsion 의 제조

Scheme 1의 방법에 의하여 제조하였으며 제조시의 온도는 20, 40, 60 및 80°C의 네 가지로 변화시켰다.



Scheme 1—Generalized manufacturing process.

물성의 평가

네 가지 온도에서 제조한 microemulsion 을 4°C의 냉장고에 3주간 보관하면서 Coulter counter 로 입도변화를 관찰하였고 온도를 70°C로 고정하고 high shear mixing 을 실시한 crude emulsion 및 homogenizer 를 각 1, 3, 5, 7회 통과시킨 microemulsion 을 rheometer 및 photographic microscope 로 관찰하였다.

실험결과 및 고찰

Fig.1은 온도변화에 따른 대두유의 점도변화를

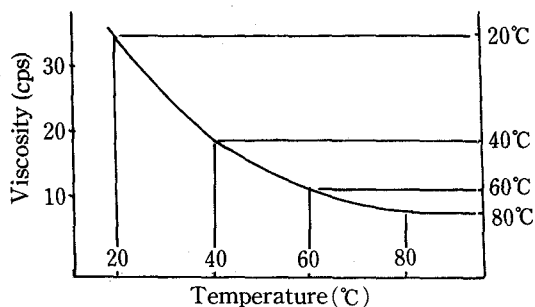


Figure 1—Viscosity-temperature curve of soybean oil.

Table I—Particle Size Evaluation of the Microemulsion Prepared at Various Temperatures.

Time (week)	Size* (μm)	Counts			
		20°C	40°C	60°C	80°C
Initial	5.0	0	0	0	0
	3.0	2	1	0	0
	1.0	1,547	275	81	72
1	5.0	1	0	0	0
	3.0	3	2	0	0
	1.0	2,254	603	269	259
2	5.0	1	1	0	0
	3.0	4	2	0	0
	1.0	3,092	1,542	507	455
3	5.0	2	1	0	0
	3.0	5	3	1	1
	1.0	6,174	2,754	1,136	1,002

Particle size was evaluated by Coulter counter at the condition of manometer volume: 50 ml and dilution volume: 1 : 10,000. * Size means lower threshold.

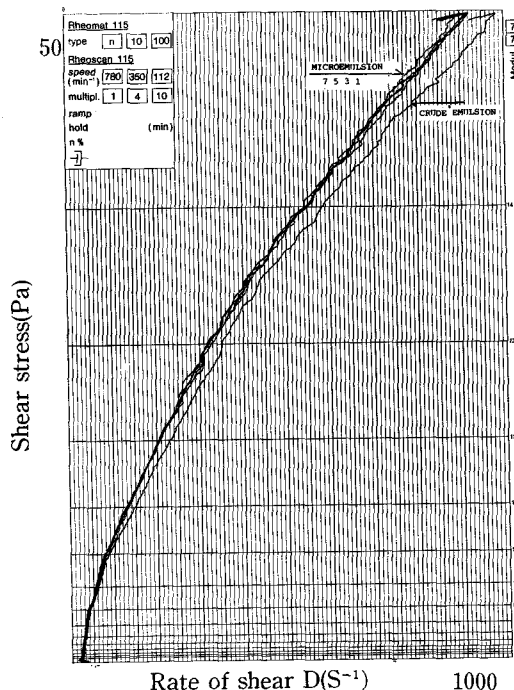


Figure 2—Rheograms of crude emulsion and microemulsions obtained by passing crude emulsion through the homogenizer 1, 3, 5 or 7 times.

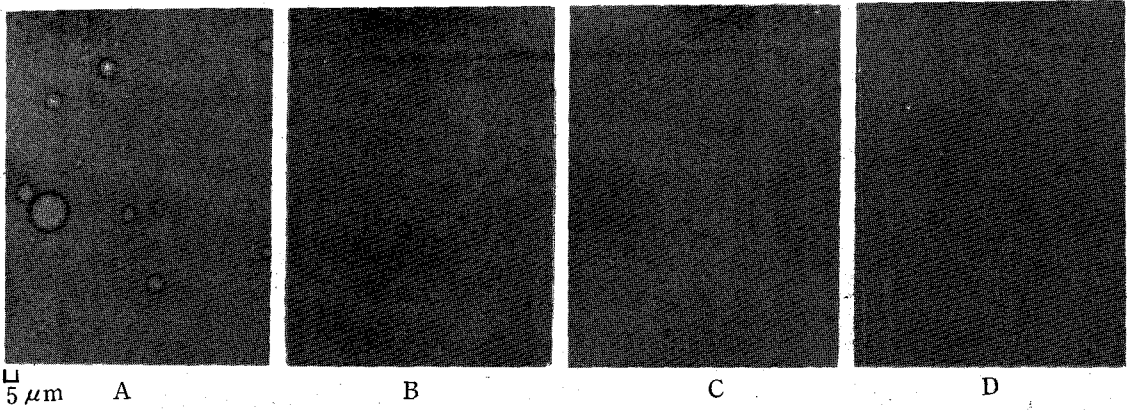


Figure 3—Microscopic photographs of crude emulsion and microemulsions obtained by passing crude emulsion(A) through the homogenizer 1(B), 3(C) and 5(D) times, respectively.

나타낸 것이다. 온도가 상승하면서 점도는 감소하는데 그 감소폭은 60°C 를 넘어서면서 상당히 둔화되었다. 온도변화에 따른 대두유의 점도변화가 제조된 microemulsion의 물성과 관련성이 있는지를 보기 위하여 20, 40, 60 및 80°C 에서 각각 제조한 microemulsion의 경시적 입도변화를 관찰한 것이 Table I이다.

제조시의 온도를 올려줌으로써 제조직후 및 보존기간 중의 입도가 작아지는 것을 확인할 수 있었으며 입도의 감소폭은 60°C 를 넘어서면서 둔화되었다.

제조온도의 상승에 따른 입도의 감소는 여러가지 요인에 기인하겠지만 온도상승에 따른 대두유의 점도감소가 중요한 요인인 것으로 사료된다.

Fig.2는 crude emulsion 및 4종 microemulsion의 rheogram이다. 5종의 rheogram 모두 Newtonian type의 flow를 벗어나 pseudoplastic pattern을 보이고 있으며 apparent viscosity는 homogenizer의 통과회수를 증가시킴에 따라 상승하고 있음을 알 수 있다.

또한 rheogram 상에서 crude emulsion과 microemulsion 간에는 유의성 있는 차이가 발견됨에 비하여 homogenizer 통과회수 증가에 따른 microemulsion 간에는 큰 차이가 나타나지 않는 것을 볼 때 homogenizer 1회 통과로 대부분의 입자가 미세하게 분산됨을 알 수 있었다.

Fig.3은 crude emulsion 및 homogenizer를 1, 3, 5회 통과한 microemulsion의 현미경사진

으로서 앞에서 지적한 바와 같이 homogenizer를 1회 통과시키므로써 대부분의 입자가 미세하게 분산됨을 잘 보여 주고 있다.

결 론

1. 제조공정에 있어서 온도는 중요한 인자이며 적정온도는 $60\text{--}80^{\circ}\text{C}$ 이었다.
2. homogenizer를 1회 통과시키므로써 대부분의 입자가 미세하게 분산되었다.
3. 유회공정에 있어서 고압을 사용할수록 미세한 입자를 얻을 수 있지만 단위압력 증가에 따른 분산효율의 증가는 점차 감소하였다.

문 헌

- 1) C. Parkinson and P. Sherman, *J. Colloid Interface Sci.*, **41**, 328 (1972)
- 2) A. Takamura, S. Noro, T. Minowa and M. Koishi, *Chem. Pharm. Bull.*, **27**, 2921 (1979)
- 3) T. Mitsui and Y. Machida, *Am. Cos. Perf.*, **87**, 33 (1972)
- 4) 関信弘, 梁仲益, 權琮遠, 鄭大權, 鄭燁, 藥劑學會誌, **16**(2), 68 (1986)
- 5) A. Takamura, S. Noro, T. Minowa and M. Koishi, *Chem. Pharm. Bull.*, **28**(3), 696 (1980)
- 6) A. Takamura, F. Ishii, S. Noro and M. Koishi, *ibid.*, **31**(8), 2786 (1983)
- 7) S. Noro, A. Takamura and M. Koishi, *ibid.*, **27**(2), 309 (1979)