

<연구논문(학술)>

폴리우레탄 프리폴리머 합성을 통한 색소 담지 마이크로캡슐 제조 및 섬유가공

김지연¹ · 우지윤¹ · 민문홍¹ · 윤석한¹ · 염정현[†]

경북대학교 기능물질공학과, ¹DYETEC연구원

Study of Dye Encapsulated Microcapsule Polymerization Using Polyurethane Prepolymer Synthesis and Textile Finishing

Ji Yeon Kim, Ji Yun Woo¹, Mun Hong Min¹, Seok Han Yoon¹ and Jeong Hyun Yeum[†]

Department of Advanced Organic Materials Science and Engineering, Kyungpook National University, Daegu, Korea

¹Korea Dyeing and Finishing Technology Institute, Daegu, Korea

(Received: August 14, 2015 / Revised: September 01, 2015 / Accepted: September 02, 2015)

Abstract: In this study, dye encapsulated microcapsules were produced by polyurethane prepolymer synthesis method using hexamethylene diisocyanate, ethylene glycol and methyl ethyl ketone. The study showed that the average size of microcapsules were 4.697 μ m in normal distribution. These microcapsules were induced red color by thermochromic fluoran red dye with showing color change as temperature. After the textile finishing of microcapsules, durability of microcapsules were checked as crocking times and lightfastness. The microcapsules were pressed at protrusion of textile weave in 10 crocking times which meant that the microcapsules not fallen off. Lightfastness was acceptable giving rating 4. It means that the polyurethane microcapsules not affect to light durability.

keywords: microcapsule, polyurethane, prepolymer, dye encapsulated, durability

1. 서 론

국내 군용 전투복은 단일 색상이 보급되고 있으나, 유사 시 계절에 따라 은폐, 엄폐의 신속성 및 효율성이 떨어지는 어려움을 가지고 있다. 또한, 해외에서는 민수용으로도 은폐, 엄폐용 헌팅복이 따로 판매되고 있을 정도로 수요가 높은 상황이다. 따라서 계절별 기온변화에 따라 주위환경과 조화로운 색상을 가진 패턴을 적용한 감온변색 의류에 대한 개발 요구가 최근 들어 증가하고 있다. 이를 위해서는 먼저 한국형 기온변화에 적절한 변색범위를 가지는 감온색소 개발이 필요하고, 이를 섬유에 적용하려면 감온색소 특유의 불안정한 구조와 변색을 위한 온도감응물질 등을 둘러싸서 보호할 수 있는

캡슐형태의 제형 개발이 요구된다. 지금까지 연구 및 시판된 색소담지 캡슐은 나노급의 크기와 멜라민을 이용한 벽체물질을 기반으로 하고 있으나, 나노급으로 너무 작으면 담지하는 색소의 양이 적어서 발색성이 낮은 단점, 너무 크면 섬유에 가공 후 내구성이 저하되는 단점을 가지고 있다. 또한, 멜라민 벽체물질은 국내 유통되는 섬유제품의 KC마크 검사항목인 포름알데히드가 검출될 가능성이 있어서 유해성에 대한 우려가 대두되고 있다.

따라서 본 연구에서는 색소를 비멜라민계 벽체물질로 담지한 2~5 μ m 크기의 마이크로캡슐을 제조하고자 하였다. 비멜라민계 벽체물질로는 마찰 등에 의한 내구성을 고려하여 탄성이 우수하고 섬유 코팅용으로도 범용성이 있는 폴리우레탄을 선정하였다. 폴리우레탄은 섬유 분야에서는 투습방수포 코팅용으로 가장 많이 이용되고 있으며, 일반적인 합성 방법으로는 동시에 모든 원료를 투입하여 반응을 진행하면서 합성하는 one-shot법과 단계적으로 원

[†]Corresponding author: Jeong Hyun Yeum(jhyeum@knu.ac.kr)
© 2015 The Korean Society of Dyers and Finishers.
All rights reserved. TCF 27-3/2015-9/184-193

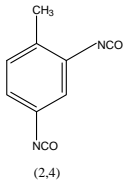
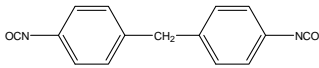
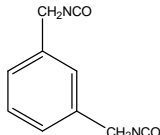
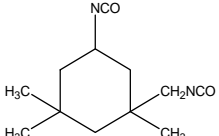
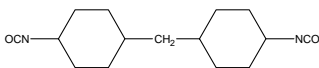
료를 투입하면서 반응을 진행하는 프리폴리머법으로 크게 나뉜다¹⁾. 프리폴리머법은 one-shot법에 비해 반응이 정밀하고 균일한 장점이 있으므로 본 연구에서는 프리폴리머법으로 폴리우레탄 벽체물질을 합성하였다.

프리폴리머법을 이용한 폴리우레탄 합성은 2단계를 거치게 되는데, 먼저 양 말단에 수산기를 가진 에테르나 에스테르계 폴리올과 양 말단에 이소시아네이트기가 있는 디이소시아네이트를 반응시켜 우레탄 결합을 유도한다. 우레탄 결합에 의해 말단에 이소시아네이트기를 가진 프리폴리머가 합성되는 것이 1단계이며, 그 다음 단계로 수산기나 아민기를 함유한 chain extender로 사슬연장 반응을 통하여 고분자량의 폴리우레탄을 얻게 된다. 폴리우레탄 중합에서 가장 중요한 요소는 이소시아네이트기의 반응이다. 이소시아네이트기는 반응성이 매우 좋으므로 중합온도나 몰비를 잘못 조정하면 원하는 물성을 가진 폴리우레탄을 얻지 못하지만, 때로는 이소시아네이트를 과량 첨가하여 가교된 폴리우레탄을

목적으로 하기도 한다. 이소시아네이트의 반응속도는 각각의 반응기에 치환되어 있는 치환기, 반응온도, 몰비에 의하여 영향을 받는다. 지방족 이소시아네이트보다는 방향족 이소시아네이트의 반응속도가 더 크다. 또한 반응온도가 높을수록 반응속도는 증가하지만, 너무 높을 경우에는 이소시아네이트기들 자체의 반응이나 우레탄기 또는 우레아기와의 반응이 진행되므로 선형 폴리우레탄을 얻지 못하고 가교된 폴리우레탄을 얻는 경우가 많기 때문에 반응온도를 너무 높게 하지 않는 것이 바람직하다²⁾.

이소시아네이트의 선정과 관련하여 방향족 계열의 반응이 지방족보다 활발하므로 폴리우레탄 수지의 주 원료가 되고 있지만, 내광성이 약한 단점으로 인해 섬유에 적용 시 황변으로 인한 일광견뢰도의 저하가 우려되어 본 연구에서는 지방족 이소시아네이트를 사용하였다. 섬유가공용 폴리우레탄의 합성에 주로 사용되고 있는 지방족 계열의 이소시아네이트는 Table 1³⁾과 같이 크게 HDI, IPDI, H₁₂MDI의 세 종류로 분류되며 각각의 프리폴리머 및 캡슐

Table 1. Classification of isocyanate³⁾

Group	Name	Scheme	MP. (°C)	B.P. (°C)	Mw (g/mol)
Aromatic	TDI (Toluene diisocyanate)		22	251	174.2
	MDI (4,4-Diphenylmethane diisocyanate)		40	314	250.25
	XDI (Xylene diisocyanate)		-	90	188.18
Aliphatic or Alicyclic	IPDI (Isophorone diisocyanate)		-60	158	222.3
	HDI (Hexamethylene diisocyanate)	OCN—(CH ₂) ₆ —NCO	-67	255	168.2
	H ₁₂ MDI (Diisocyanato dicyclohexylmethane)		25	-	262.35

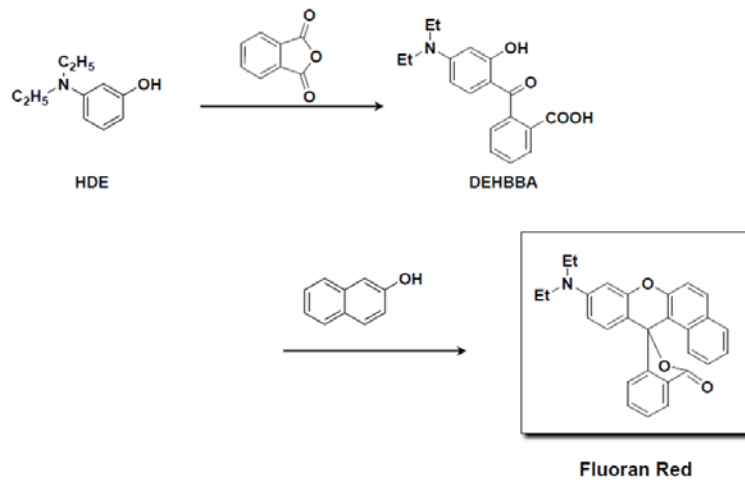


Figure 1. Synthetic scheme of fluoran red produced by M. Dohmen Korea⁴⁾.

제조에 이르는 사전실험 결과, IPDI, H₁₂MDI는 동일 조건에서 프리폴리머 반응시간이 느리거나 캡슐이 아닌 폴리우레탄 수지가 제조되는 등의 문제점이 도출되는 반면, HDI 즉 헥사메틸렌 디이소시아네이트는 가장 적합한 결과를 나타내어 최종 선정하였다.

본 연구에서는 폴리우레탄을 벽체물질로 한 색소담지 마이크로캡슐의 제조 및 섬유가공 가능성을 검토하기 위하여, 헥사메틸렌 디이소시아네이트와 에틸렌글리콜로 프리폴리머를 제조하고 온도감응색소 분산액에 첨가하여 유화분산시킨 후 사슬연장 반응을 통해 폴리우레탄계 마이크로캡슐을 제조한 다음, 원단에 도포하여 마찰에 따른 캡슐의 파괴 저항성과 내광성을 측정하였다.

2. 실험

2.1 실험재료

폴리우레탄 폴리머를 제조하기 위하여 헥사메틸렌 디이소시아네이트(hexamethylene diisocyanate, HDI, Wako, Japan, 1급)와 에틸렌글리콜(ethylene glycol, EG, Junsei Chem., Japan, 특급), 메틸에틸케톤(methyl ethyl ketone, MEK, Duksan Pure Chem., Korea, 1급)을 각각 정제하지 않고 사용하였다. 심물질 색소는 엠도흐멘코리아에서 합성하여 제공한 감온변색 색소 flouran계 red를 사용하였으며 화학구조식을 Figure 1에 나타내었다^{4,6,9,13)}. 색소 용액 제조를 위한 유화분산제로는 sodium dodecyl sulfate(SDS, Junsei Chem., Japan, 1급)를 정제

하지 않고 사용하였으며, 캡슐 세정에는 증류수를 이용하였다. 섬유가공용 원단 및 마찰포는 KS K 0 905에 규정된 나일론 표준백포(경사 10tex/2, 위사 20tex, 밀도 17.5/20cm, 평직, 130g/m²)를 염색하지 않고 정련된 상태로 사용하였다.

2.2 폴리우레탄 마이크로캡슐의 제조

2.2.1 프리폴리머의 제조

환류냉각기가 장착된 삼구플라스크에 용제인 MEK 0.3몰, HDI 0.1몰을 넣어 상온, 질소 기류 하에서 30분간 환류시켰다. 다음으로 EG 0.05몰을 첨가하여 HDI : EG의 몰비가 2:1이 되도록 하고 80°C에서 90분간 반응시켰다.

폴리우레탄은 일반적으로 이소시아네이트기와 수산기가 1:1 반응을 하여 완결되는데, 본 실험의 프리폴리머 상태에서는 말단기에 이소시아네이트기가 남아 있어야 하기 때문에 2:1 반응이 되도록 설계하였다. 또한, 반응시간은 FT-IR 스펙트럼 측정을 통해 이소시아네이트의 존재와 우레탄 결합 생성을 확인하면서 도출하였다.

다음으로 80°C에서 회전식 증발기로 감압증류하여 용매인 MEK를 제거하여 프리폴리머를 획득하였으며, 용매의 제거와 동시에 공기 중 수분과 말단의 이소시아네이트가 반응하여 고화되므로 미리 준비한 색소 수용액에 즉시 첨가하였다⁵⁾.

2.2.2 감온색소 수용액의 제조

Flouran계 red 감온색소 0.25g/L, SDS 1.5g/L를 증류수에 투입하여 상온에서 교반, 분산시켜 감

온색소 수용액을 준비하였다. 프리폴리머가 oil계이고 감온색소 수용액이 water계가 되며, 과량의 수용액에 oil이 들어가면서 고속회전하여 마이크로캡슐 크기가 될 수 있도록 하기 위하여 감온색소 수용액은 프리폴리머 양의 10배로 설계하였다.

2.2.3 마이크로캡슐의 제조

감온색소 수용액에 프리폴리머를 투입하고 유화 분산기(T25, IKA, Germany)의 교반속도를 6,500~9,500rpm으로 하여 상온에서 10분간 유화분산하였다. 다음으로 EG 0.05몰을 첨가하여 60℃에서 2시간 동안 800rpm으로 교반하여 사슬연장 및 폴리우레탄의 반응을 종결시켰다. 이를 통해 제조된 마이크로캡슐이 분산된 용액을 원심분리기(1248, LaboGene, Korea)를 이용하여 3,200rpm에서 5분간 가동을 반복하면서 증류수로 세척하여 슬러리를 획득하였다. 원심분리가 종료된 슬러리는 층별로 색상이 상이하여 최상층은 색소담지가 되지 않은 white 컬러였으며 중간층과 최하층은 red 계열로 나타나, 본 연구에서는 색소담지 된 red 컬러의 슬러리를 채취하여 사용하였다.

2.3 마이크로캡슐의 섬유가공

제조한 마이크로캡슐 슬러리 5g을 폴리비닐아세테이트(PVAc, 공업용) 바인더 수지 20g에 mixing하여 균일하게 분산시킨 다음, 샘플날염기(SILK-B800, Mathis, Swiss)를 이용하여 나일론 백포 표면에 인날 봉(직경 80mm, 저압용)으로 3.2m/min로 인날한 후, 감온색소의 열에 의한 영향을 배제하기 위하여 상온에서 3시간 건조하였다.

2.4 특성분석

2.4.1 FT-IR 스펙트럼 측정

FT-IR(Spectrum2, Perkin Elmer, USA)분석을 통해 프리폴리머 합성을 확인하였으며, KBr pellet에 소량 혼입하여 측정하였다.

2.4.2 실체현미경, 전계방사형 전자현미경 관찰

슬러리 상태의 마이크로캡슐을 상온에서 건조 후 분말화하여 실체현미경(AM7013MZT, Dino-Lite, Korea)으로 색소담지 형상을 1차 관찰한 후 골드 코팅하여 전계방사형 전자현미경(S4800, Hitachi, Japan)으로 형상을 관찰하고, 섬유에 인날 가공하여 마찰 횟수별 섬유 표면을 전자현미경으로 관찰

하였다.

2.4.3 감온변색성 관찰

제조한 마이크로캡슐을 상온에서 건조 후 분말화하여 80℃의 항온건조기에서 10분간 방치한 다음 꺼내어 상온 대비 변색 정도를 비교, 관찰하였다.

2.4.4 입도분포 분석

제조한 마이크로캡슐의 크기와 분포를 알아보기 위하여, 슬러리를 증류수에 투입한 다음 초음파 분산시킨 시료를 입도분석기(MS2000, Malvern, UK)로 측정하였다.

2.4.5 마이크로캡슐의 섬유부착 내구성 측정

섬유에 인날하여 코팅한 마이크로캡슐을 마찰견뢰도시험기(CM-5, ATLAS, USA)를 이용하여 0, 5, 10, 20회로 나누어 왕복 마찰을 실시한 다음, 전자현미경으로 캡슐의 탈리 정도와 부착 형상을 관찰하였다. 일반적으로 섬유원단의 마찰견뢰도 시험은 KS K 0650에 의거하며 마찰 횟수는 10회 기준이다.

2.4.6 마이크로캡슐의 내광성 측정

섬유에 인날하여 코팅한 마이크로캡슐을 KS K ISO 105 B02시험법에 의거하여 일광견뢰도시험기(Ci4000, ATLAS, USA)를 이용하여 20시간 노광 후, 바인더 수지만 인날한 경우 및 백포와 비교하여 변퇴색의 정도를 blue wool scale 기준으로 등급판정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 프리폴리머 및 마이크로캡슐의 생성 확인

Figure 2는 HDI와 EG를 이용한 시간별 프리폴리머 3종 및 마이크로캡슐 슬러리 1종의 FT-IR 스펙트럼을 나타낸 결과이다. HDI와 EG가 혼합된 초기 시점인 반응시간 0분을 나타낸 (a)를 살펴보면, 3600cm⁻¹ 부근의 피크는 EG의 OH기를 나타내고 2270cm⁻¹ 부근에서는 HDI의 NCO기의 흡수 피크가 관찰되었으며 2940cm⁻¹ 부근에서는 지방족 CH 신축진동에 의한 흡수피크가 나타났다. 프리폴리머 합성이 진행된 60분 시점의 스펙트럼(b)와 90분 시점의 스펙트럼(c)에서는 모두 2270cm⁻¹ 부근에서 NCO기의 강한 흡수대를 관찰할 수 있고, (a)에서는 나타나지 않던 우레탄 결합 (NHCOO)의 NH가

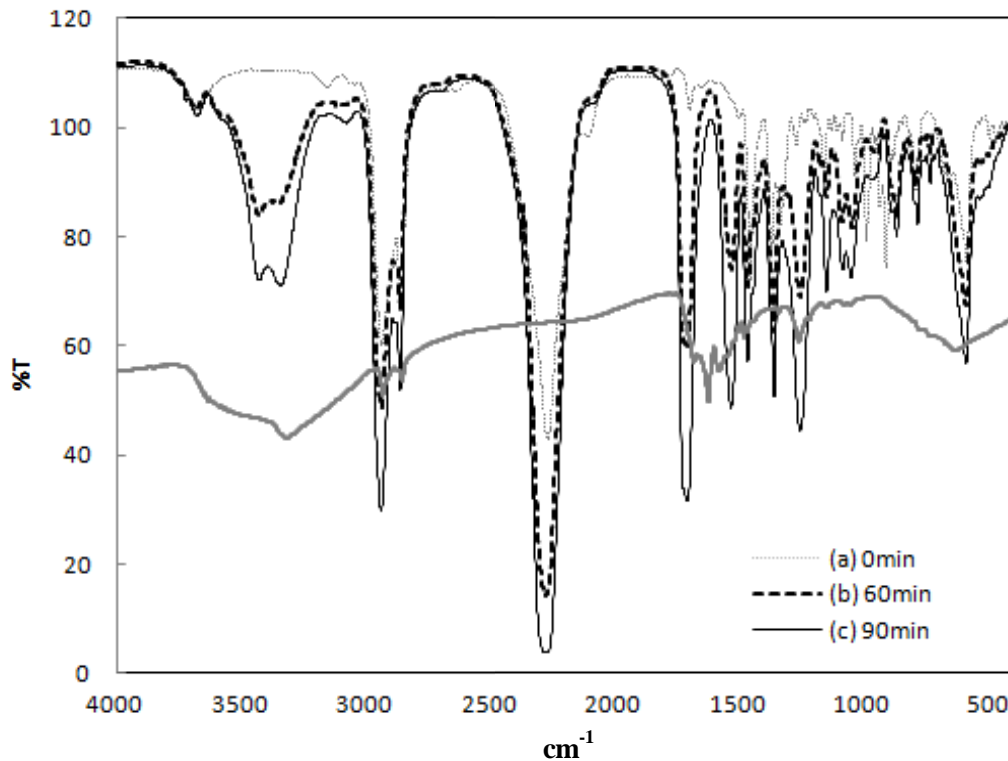


Figure 2. FT-IR spectra of (a) prepolymer synthesized for 0min, (b) prepolymer synthesized for 60min, (c) prepolymer synthesized for 90min, (d) microcapsule slurry.

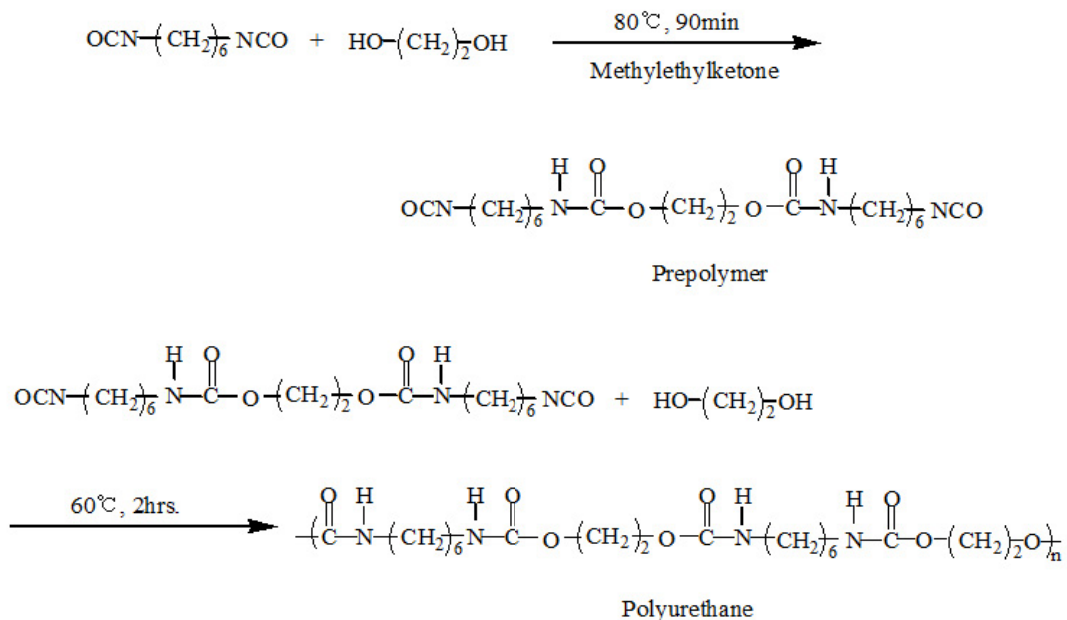


Figure 3. Synthesis scheme of NCO-terminated polyurethane prepolymer using hexamethylene diisocyanate and its chain extension.

3340~3350cm⁻¹, CO는 1700cm⁻¹ 부근에서 확인되며, 지방족 CH피크가 2940cm⁻¹ 부근에서 나타나 지방족 기반의 프리폴리머 생성반응이 일어남을 확인할 수 있었다. 반응시간별로는 60분에 비해 90분 시점에서 NH와 CO흡수대가 확연히 드러나 반응시간을 90분으로 확정하였다. 스펙트럼(d)에서는 2270cm⁻¹ 부근의 NCO 흡수대가 사라져 반응이 완결된 우레탄 결합을 함유하는 마이크로캡슐이 제조되었음을 확인하였다^{10,12)}.

Figure 3에 HDI와 EG를 이용한 프리폴리머 제조와 반응종결 과정 개략도를 나타내었다⁷⁾.

3.2 마이크로캡슐의 형상

Figure 4의 (a)는 제조한 마이크로캡슐의 색소담지를 확인하기 위하여 (a)에 실체현미경으로 촬영한 사진을 나타낸 것이다. Red컬러의 캡슐형상을 확인할 수 있다. (b)는 주사전자현미경으로 2000배 배율로 측정된 마이크로캡슐로서 구형의 캡슐이 밀집되어 있으며, (c)는 전계방사현미경으로 1만배 촬영한 표면의 형상을 나타낸 것으로 기존 멜라민계 시판 캡슐이 가진 매끈한 표면이 아니라 다소 거친 구형임을 확인할 수 있었다. 마이크로캡슐의 형태와 구조는 매우 다양하며 심물질이 고체나 결정이면 얻어지는 캡슐은 불규칙한 모양을 갖게 되고, 액체 방울이면 구형으로 형성되는 등 심물질의 형태가 영향을 주게 된다^{5,8,11)}.

본 연구에서 사용한 심물질인 fluoran계 red색소는 건조상태의 프레스케이크를 밀링한 고체 분말 상태로서 캡슐 형태에 영향을 준 것으로 사료된다. 또한, 방향족 이소시아네이트에 비해 지방족인 HDI의 반응성이 상대적으로 낮기 때문에 마이크로캡슐 벽막이 형성되는 속도도 느려서 형태에 영향을 준 것으로 생각된다²⁾.

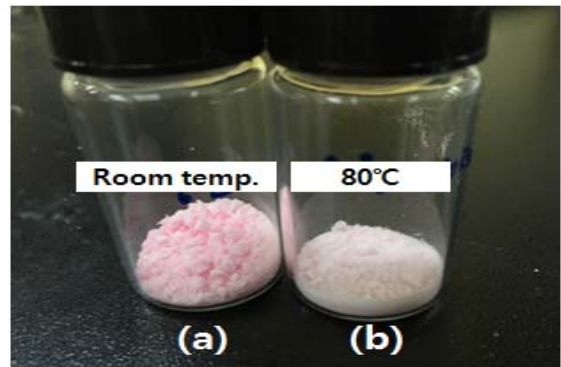


Figure 5. Color change behavior of polyurethane microcapsule as temperature (a) room temperature, (b) 80°C.

3.3 마이크로캡슐의 감온변색성

Figure 5는 제조한 색소담지 마이크로캡슐의 감온변색성을 알아보기 위하여 80°C 방치 후 캡슐(b)의 색상을 상온에 있던 캡슐(a)와 함께 비교한 사진이다. 상온에서는 red계열이던 캡슐의 색상이 80°C에서는 무색에 가깝게 변색된 것을 확인할 수 있다. 따라서 폴리우레탄 벽체물질의 마이크로캡슐이 색소가 가진 고유의 감온변색성을 저해하지 않음을 유추할 수 있다.

3.4 마이크로캡슐의 크기 및 분포

Figure 6은 입도분석기를 이용하여 5회 반복 측정된 마이크로캡슐의 평균 크기 및 크기별 분포도를 나타낸 것이다. 제조한 마이크로캡슐은 물에 불용성이므로 초음파 주사를 통해 침전을 방지하면서 측정하였다. 측정결과 1회 4.672µm, 2회 4.596µm, 3회 4.760µm, 4회 4.749µm, 5회 4.710µm로 나타났으며, 평균 크기는 4.697µm이고, 5µm를 전후하여 정규분포를 나타내었다. 이상의 결과를 통해, 제조

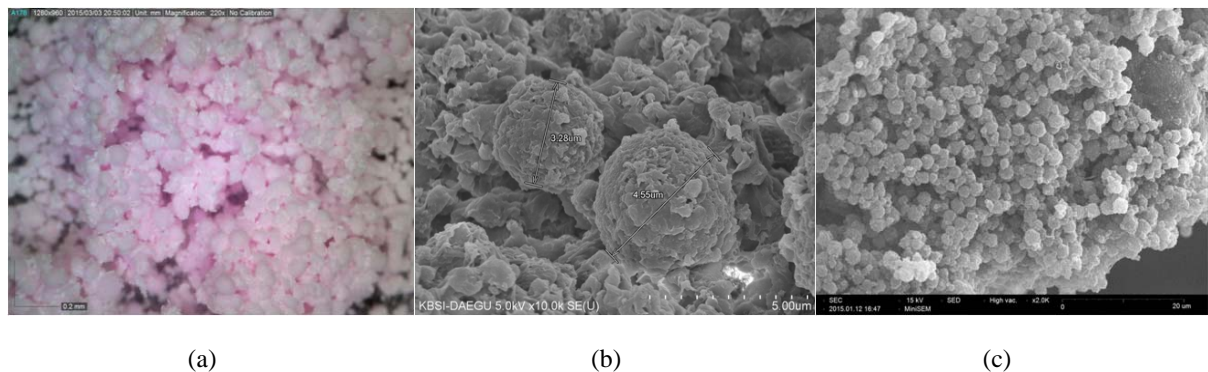


Figure 4. Microscope images of fluoran red encapsulated microcapsule.

Concentration: 0.0023 %Vol	Span: 2.045	Uniformity: 0.646	Result units: Volume
Specific Surface Area: 2.24 m ² /g	Surface Weighted Mean D[3,2]: 2.680 μm	Vol. Weighted Mean D[4,3]: 4.697 μm	
d(0.1): 1.294 μm	d(0.5): 3.818 μm	d(0.9): 9.101 μm	

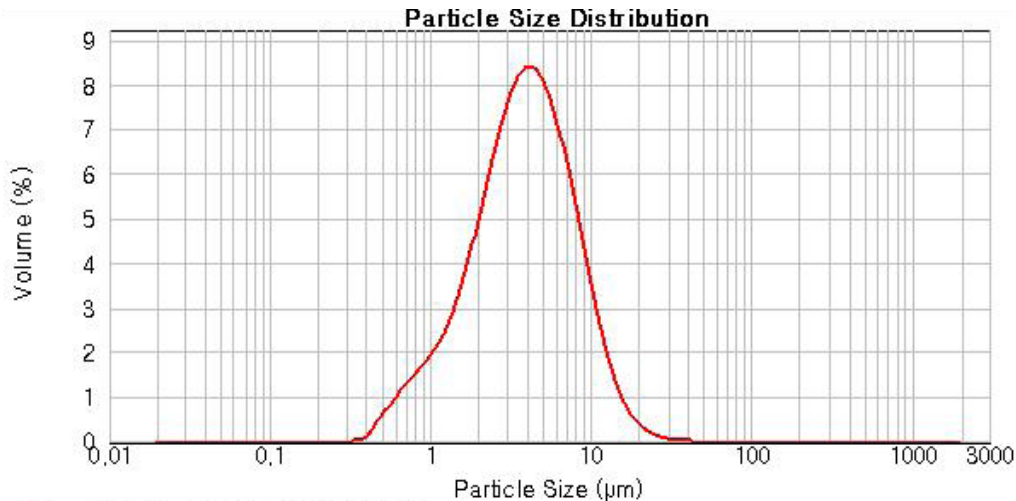


Figure 6. Particle size and distribution of polyurethane microcapsule dye encapsulated.

한 마이크로캡슐은 평균 입도 $5\mu\text{m}$ 전후를 일정하게 나타냄을 알 수 있었다.

3.5 마이크로캡슐의 섬유부착 내구성

Figure 7~10은 색소담지 마이크로캡슐 슬러리를 날염용 바인더 수지에 분산시켜 인날한 나일론 원단을 마찰견뢰도 시험기를 이용하여 0, 5, 10, 20 회 왕복마찰한 다음, 표면의 형상변화를 배율별로 나타낸 것이다. Figure 7은 마찰하기 전의 상태로 섬유 표면 전반에 걸쳐 수지와 캡슐이 함께 균일한 분포를 이루고 있으며, 캡슐의 형상 또한 구형을 유지하고 있음을 알 수 있다. Figure 8은 5회 마찰한 후의 상태로 마찰력을 직접 받는 돌출면에 약간의 평탄화가 진행되어 해당면의 캡슐도 돌출부위에 눌림 현상이 발견되지만, 전체적으로 캡슐의 개별 형태는 확인가능하였다. Figure 9는 10회 마찰한 후를 나타낸 것으로 돌출면 전체적으로 평탄화가 진행되었으나, 섬유의 직조상 경사, 위사의 교차점이 되는 내측 면에는 구형의 캡슐이 남아 있음을 확인하였다. Figure 10은 20회 마찰한 후의 상태로 돌출면 전체적으로 평탄화가 10회에 비해 심하게 나타났으며 경사, 위사가 교차되는 내측 면에는 캡슐

의 형상을 유지하는 비율이 낮아지고 부스러진 파편도 일부 관찰되었다.

이상의 결과로 볼 때, 마찰 횟수 5회까지는 안정적이고 10회부터 직물 조직의 돌출면을 중심으로 캡슐의 형태 안정성이 저하되기 시작하지만, 마찰면에 대해 납작하게 평탄화되는 것으로 보아 캡슐이 탈리되거나 파괴되는 것이 아니라 형태 변화가 일어나는 것으로 사료된다. 본 실험에 참조한 마찰견뢰도 시험법은 마찰 횟수 10회를 기준으로 한 것으로, 추후 섬유 가공용 날염 호를 이용하여 고온에서의 큐어링 공정을 통해 열고정하는 연구를 진행함으로써 외력에 대한 캡슐의 안정성을 충분히 확보할 수 있을 것으로 생각된다.

3.6 마이크로캡슐의 내광성

Table 2는 색소담지 마이크로캡슐 슬러리를 바인더 수지에 분산시켜 인날한 나일론 원단을 20시간 노광 후 수지만 인날한 경우 및 백포와 비교하여 변퇴색의 정도를 나타낸 것으로 모두 4급을 나타내어 내광성이 양호함을 확인할 수 있었다. 20시간은 일반적으로 의류 용도 섬유제품의 노광시간을 의미하므로, fluoran red 색소담지 마이크로캡슐이 의

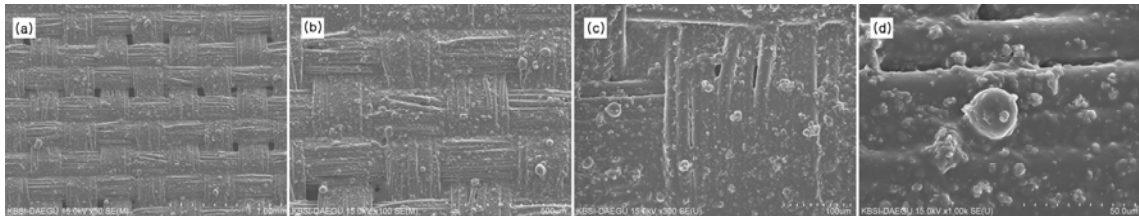


Figure 7. SEM images of nylon fabric coated with polyurethane microcapsule various magnification after crocking 0 time ; (a)×50, (b)×100, (c)×300, (d)×1,000.

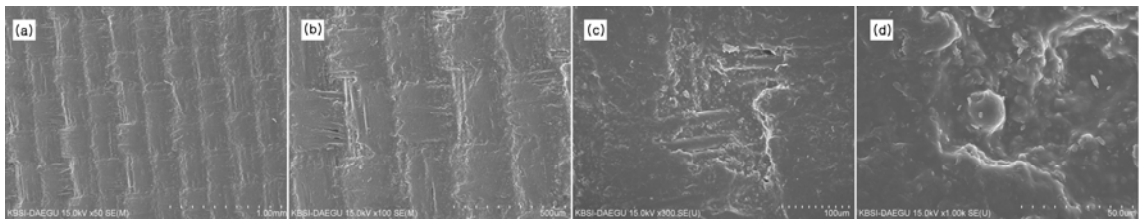


Figure 8. SEM images of nylon fabric coated with polyurethane microcapsule various magnification after crocking 5 times ; (a)×50, (b)×100, (c)×300, (d)×1,000.

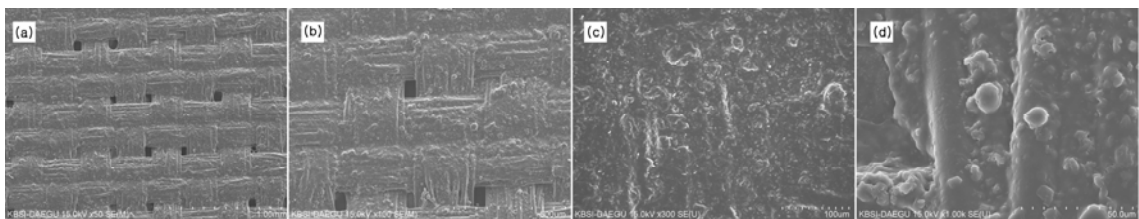


Figure 9. SEM images of nylon fabric coated with polyurethane microcapsule various magnification after crocking 10 times ; (a)×50, (b)×100, (c)×300, (d)×1,000.

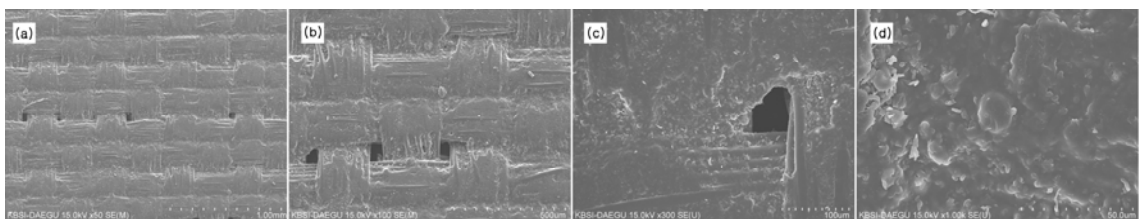


Figure 10. SEM images of nylon fabric coated with polyurethane microcapsule various magnification after crocking 20 times ; (a)×50, (b)×100, (c)×300, (d)×1,000.

Table 2. Light fastness grade of nylon fabric coated with polyurethane microcapsule

Substrate	Color change	Test method
Nylon	4	
Nylon coated with PVAc resin	4	KS K ISO 105 B02, 20hrs, Blue scale
Nylon coated with PVAc resin mixing polyurethane microcapsule	4	

류용 내광성 기준을 만족함을 유추할 수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서는 폴리우레탄을 벽체물질로 한 색소 담지 마이크로캡슐의 제조 및 섬유가공 가능성을 검토하기 위하여, 헥사메틸렌 디이소시아네이트와 에틸렌글리콜로 프리폴리머를 제조하고 온도감응색소 분산액에 첨가하여 유화분산시킨 후 사슬연장 반응을 통해 폴리우레탄계 마이크로캡슐을 제조한 다음, 원단에 인날하여 마찰에 따른 캡슐의 파괴 저항성과 내광성을 측정하였으며, 그 결과는 다음과 같다.

1. 폴리우레탄을 벽체물질로 하는 마이크로캡슐 제조를 위하여 내광성이 상대적으로 양호한 지방족 계열의 헥사메틸렌 디이소시아네이트를 선정하였고, 프리폴리머 제조에 사용되는 용제로는 케톤류 중 끓는점이 80℃로 반응 후 제거가 용이한 메틸에틸케톤을 사용하였다. 그리고 프리폴리머를 oil phase, 색소분산액을 water phase로 하여 계면중합을 실시할 때 투입량을 oil : water = 1 : 10으로 하는 것이 과량의 수용액 중에서 프리폴리머가 유화분산되어 원활한 캡슐 형성이 가능하였다.
2. 생성된 폴리우레탄 마이크로캡슐은 폴리우레탄 고유의 백색이 아니라 red계열을 나타내어 색소를 담지하였음을 확인하였으며, 다소 거친 구형을 이루고 있었고 감온색소가 가진 온도별 색변화를 확인하였다.
3. 생성된 폴리우레탄 마이크로캡슐의 평균 크기는 4.697 μ m이고, 캡슐의 분산도는 5 μ m를 전후하여 정규분포를 나타내었다.
4. 생성된 폴리우레탄 마이크로캡슐은 마찰횟수 10회부터 직물 조직의 돌출면을 중심으로 형태가 납작하게 되지만 파괴는 일어나지 않았으며, 추후 본격적인 섬유가공 공정 적용 연구를 통해 날염 효과의 상용성과 고온 큐어링을 통한 물리적 안정성을 확보할 예정이다.
5. 생성된 폴리우레탄 마이크로캡슐을 처리한 원단은 미처리 원단과 동일하게 일광견뢰도 4급을 나타내어 내광성의 저하가 없음을 확인하였다.

감사의 글

이 논문은 2014년도 정부(미래창조과학부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 연구임 (No.2014M3C1A9060740).

References

1. E. J. Kim, "Development of Hydrophilic Non-porous Type Breathable Resin and Finishing Technology", Ministry of Trade, Industry and Energy, Korea, pp.30-37, 2001.
2. C. N. Choi, J. B. Kim, T. Y. Hwang, M. S. Lee, R. Kim, and I. B. Jung, Preparation of Polyurethane Derivative Microcapsule and Its Application to Textile Finishing, *J. of the Korean Fiber Society*, **38**(4), 174(2001).
3. J. H. Shim, Study on Characterization of Film Manufactured by Hydrophilic Thermoplastic Polyurethane, M.S. Thesis, Yeungnam University, 2006.
4. S. Yun, S. Meiqin, and T. Qiyu, Synthesis of Fluoran Dyes with Improved Properties, *Dyes and Pigments*, **29**(1), 49(1995).
5. H. I. Park, A. K. Kim, W. E. Lee, and C. N. Choi, The Preparation of Polyurethane Microcapsule and Its Breaking Behavior, *J. of the Korean Society of Dyers and Finishers*, **10**(2), 37(1998).
6. C. F. Zhu and A. B. Wu, Studies on the Synthesis and Thermochromic Properties of Crystal Violet Lactone and Its Reversible Thermochromic Complexes, *Thermochimica Acta*, **425**(1-2), 7(2005).
7. I. H. Kim, J. B. Seo, and Y. J. Kim, Preparation and Characterization of Polyurethane Microcapsules Containing Functional Oil, *Polymer(Korea)*, **26**(3), 400(2002).
8. Y. Frere, L. Danicher, and P. Gramain, Preparation of Polyurethane Microcapsules by Interfacial Polycondensation, *Eur. Polym. J.*, **34**(2), 193(1998).
9. H. I. Kim and S. M. Park, Functional Finishing of Microcapsule Application, *Fiber Technology and Industry*, **7**(3), 322(2003).
10. C. Y. Park, Effect of PPG, MDI, 2-HEMA and Butyl Acrylate Content on the Properties of

- Polyurethane Adhesive, *Elastomer and Composites*, **49**(3), 245(2014).
11. H. G. Im, H. S. Lee, and J. H. Kim, Dispersity of Silver Particles in Polyurethane Matrix, Effect of Polyurethane Chemical Structure, *Polymer(Korea)*, **31**(6), 543(2007).
 12. J. H. Hwang, K. S. Oh, and N. S. Yoon, Fluoroalkylation of the Surface of Hydrophilic Polyurethane Breathable Membrane, *Textile Coloration and Finishing*, **25**(1), 30(2013).
 13. J. S. Bae, S. Y. Gwon, and S. H. Kim, Anthraquinone-carbamodithiolate Assembly as Selective Chromogenic Chemosensor for Fe³⁺, *Textile Coloration and Finishing*, **25**(1), 13(2013).