저분자알긴산소다-키토잔향미세교갑의 제조

한일경, 김병훈

위대한 수령 김일성동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《중소화학공장들에서 향료도 생산하여야 하겠습니다.》(《김일성전집》 제32권 147폐지)

향은 증기압이 높아 인차 휘발되기때문에 향기를 오래 보존하자면 향이 빨리 날아나지 못하게 보류제가 있어야 한다. 그러므로 최근에 보류제를 개발하기 위한 연구[1, 4]가 심화되고있다.

알긴산소다와 키토잔, 젤라틴을 비롯한 천연물질들은 원료가 풍부하고 매질의 pH에따라 이온화되는것으로 하여 복합응집법으로 향미세교갑을 제조하는데 널리 리용되고있다.[2, 3]

우리는 향미세교갑의 향포집률을 높이기 위하여 알긴산소다를 이산화염소수로 저분자 화하고 음이온다당인 저분자알긴산소다와 양이온다당인 카르복시메틸키토잔을 리용하여 향 미세교갑을 제조하기 위한 연구를 진행하였다.

실 험 방 법

알긴산소다의 저분자화 5% 알긴산소다용액에 일정한 농도의 이산화염소수를 첨가하고 50℃에서 반응시켰다. 그리고 이 용액의 점도를 락구점도계로 측정하였다.

알긴산소다-카르복시메틸키토잔(CM-키토잔)향미세교갑제조 각이한 점도의 알긴산소다용액 50g에 유화제(트윈 60) 0.5g을 넣고 얼음욕에서 초음파분산기(300W)로 5min동안 분산시킨 다음 여기에 0.5% 카르복시메틸키토잔용액을 방울방울 적하하면서 미세교갑을 제조하였다.

립자크기와 립도분포결정 우에서 얻은 미세교갑에 0.1mol/L 염산을 첨가하여 산성으로 맞추어 경화시킨 다음 려과하여 립자크기를 결정하고 립도분석을 진행하였다. 립자의 크기는 립도분석기로 측정하여 다음 식으로 계산하였다.

$$d = \frac{X_1 N_1 + X_2 N_2 + \dots + X_n N_n}{N}$$

여기서 d는 립자의 평균직경(μ m), N은 립자의 총수, X_1 , X_2 , …, X_n 은 해당 립자의 직경(μ m), N_1 , N_2 , …, N_n 은 해당 립자의 개수이다.

분산도는 다음의 식으로 계산하였다.

$$X = \frac{N_X}{N} \times 100$$

여기서 X는 분산도, N은 립자의 총수, N_X 는 제일 많은 립도의 립자수이다.

향포집률측정방법 향포집률은 향미세교갑을 방온도에서 일정한 시간 방치한 다음 감소 된 향미세교갑의 질량을 측정하여 다음의 식으로 결정하였다.

향포집률(%)= 남은 향료의 량 초기향류의 량

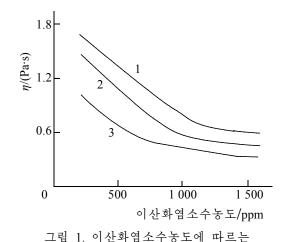
실험결과 및 해석

1) 알긴산소다의 저분자화

이산화염소수농도에 따르는 점도변화 이산화염소수농도에 따르는 알긴산소다용액의 점도 변화를 보면 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 이산화염소수의 농도가 증가함에 따라 알긴산소다용액의 점 도는 급격히 작아지다가 이산화염소수농도 1 250ppm에서부터 완만하게 감소하였다. 한편 알 긴산소다용액의 농도가 작아지는데 따라 점도도 감소한다는것을 알수 있다. 이산화염소수 농도 1 500ppm부터는 점도변화가 거의 없으므로 농도가 높은 5% 알긴산소다용액이 합리 적이라고 보았다.

반응시간에 따르는 점도변화 반응시간은 알긴산소다의 저분자화에 중요한 작용을 하는 인 자들중의 하나이다. 반응시간에 따르는 알긴산소다용액의 점도변화를 보면 그림 2와 같다.



알긴산소다용액의 점도변화 반응온도 50℃, 반응시간 100min,

1-3은 알긴산소다의 농도가 각각 5, 3, 1%인 경우

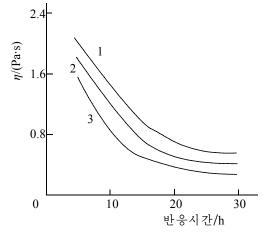


그림 2. 반응시간에 따르는 알긴산소다 용액의 점도변화

5% 알긴산소다용액, 반응온도 25℃, 이산화염소수의 농도 1 500ppm, 1-3은 그림 1과 같음

그림 2에서 보는바와 같이 점도변화는 반응시간이 증가함에 따라 급격히 작아지며 반응 시간 24h이후부터는 완만하다. 이것은 반응시간 24h까지는 이산화염소수에 의한 다당인 알 긴산소다의 에테르결합의 산화가 진행되고(급격한 변화곡선) 24h이후부터는 공기중의 미생 물에 의한 산화(완만한 변화곡선)가 진행되기때문이라고 설명할수 있다.

반응온도에 따르는 점도변화 반응온도에 따르는 알긴산소다용액의 점도변화를 보며 그릮 3과 같다.

그림 3에서 보는바와 같이 알긴산소다용액의 점도는 반응온도 40℃이전에는 급격히 감 소하다가 그 이후부터 완만하게 변화된다. 이것은 반응온도가 증가함에 따라 이산화염소수 의 풀림도가 작아져 활성염소가 인차 날아나기때문이라고 보아진다.

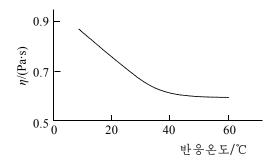


그림 3. 반응온도에 따르는 알긴산소다용액의 점도변화 5% 알긴산소다용액, 이산화염소수농도 1 500ppm, 반응시간 24h

따라서 향미세교갑제조에 합리적인 알긴산소다의 저분자화반응조건은 5% 알긴산소다용액, 이산화염소수농도 1 500ppm, 반응온도 40~50℃, 반응시간 24h이다.

알긴산소다용액의 점도에 따르는 향미세교 갑의 거둠률과 평균립자직경, 분산도변화

알긴산소다용액의 점도는 향미세교갑의 거둠률과 립자크기, 립도분포에 결정적인 영향을 준다. 각이한 점도를 가진 5% 알긴산소다용액으로 향미세교갑을 제조하고 그 거둠률과 평균립자직경, 분산도변화를 고찰하여보면 표와 같다.

					10,	
	점도/(Pa·s)	1.1	0.9	0.7	0.5	0.3
_	거둠률/%	93.2	87.7	82.4	80.9	79.3
	평균립자직경/ <i>μ</i> n	n 225.3	147.6	102.6	76.7	40.7
	분산도/%	50.3	61.6	77.4	81.9	82.4

표. 점도변화에 따르는 향미세교갑의 거둠률과 평균립자직경, 분산도변화

표에서 보는바와 같이 점도가 감소함에 따라 향미세교갑의 거둠률과 평균립자직경은 감소하며 분산도는 증가한다. 이로부터 향미세교갑을 제조할 때 작은 립자를 얻으려면 점도를 최대로 작게 하여야 한다는것을 알수 있다.

3) 초음파분산기의 출력에 따르는 평균립자직경변화

0.3Pa·s의 점도를 가진 5% 알긴산소다용액을 초음파분산기로 5min동안 분산시키고 0.5% 카르복시메틸키토잔용액으로 적하하면서 미세교갑을 제조하였다. 초음파분산기출력에 따르 는 평균립자직경변화를 고찰하여보면 그림 4와 같다.

그림 4에서 보는바와 같이 초음파분산기의 출력이 높아짐에 따라 평균립자직경은 급격히 작아지다가 초음파분산기의 출력이 300W에서부터는 완만하게 감소한다. 또한 초음파분산기의 출력이 너무 높으면 립자가 찌그러질수 있기때문에 출력을 300W로 하는것이 합리적이라고 볼수 있다.

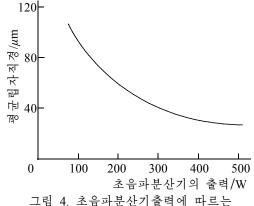


그림 4. 초음파분산기출력에 따르는 평균립자직경변화

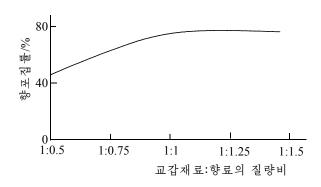


그림 5. 향료첨가량에 따르는 향포집률변화

4) 향료첨가량에 따르는 향포집률변화

교갑재료와 향료의 질량비를 각이하게 변화시키면서 향포집률변화를 고찰하여보면 그림 5와 같다.

그림 5에서 보는바와 같이 향료의 첨가 량이 많아질수록 향포집률은 높아지며 질량 비 1:1이상에서는 거의나 증가하지 않았다. 따라서 합리적인 미세교갑과 향료의 질량비를 1:1로 하는것이 합리적이라고 보았다.

제조한 저분자알긴산소다-키토잔향미세 교갑의 SEM사진은 그림 6과 같다.

이로부터 향미세교갑에 합리적인 점도는 0.3Pa·s, 초음파분산기의 출력은 300W이며 이때 거둠률은 79.3%, 평균립자직경은 40.7μm, 분산도는 82.4%라는것을 확증하였다.

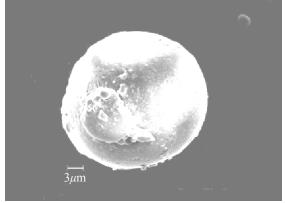


그림 6. 저분자알긴산소다-키토잔향미세 교갑의 SEM사진

맺 는 말

알긴산소다를 이산화염소수로 저분자화하기 위한 합리적인 조건을 확립하고(5% 알긴 산소다용액, 이산화염소수농도 1 500ppm, 반응온도 40~50℃에서 24h 반응시키고 1주일 방 치) 향미세교갑제조조건(0.3Pa·s, 초음파분산기출력 300W, 분산시간 5min, 0.5% 카르복시메 틸키토잔용액)과 그것의 특성지표들(향미세교갑의 거둠률은 79.3%, 평균립자직경 40.7μm, 분 산도 82.4%)을 확정하였다.

참고문헌

- [1] S. Saravanan; Spectrochimica Acta, A 124, 451, 2014.
- [2] M. Rossi et al.; Journal of the American Chemical Society, 137, 5, 4, 2015.
- [3] M. F. Brigatt; Journal of Petroleum Science and Engineering, 127, 8, 2015.
- [4] 暫定; CN 101239895 A, 2008.

주체108(2019)년 1월 5일 원고접수

Preparation of the Low-Molecular Sodium Alginate-Chitosan Perfume Microcapsule

Han Il Gyong, Kim Pyong Hun

We established the reasonable reaction condition to reduce the number of molecular of sodium alginate by chlorine dioxide solution and determined the preparation condition of perfume microcapsule and its characteristics indexes.

Key words: microcapsule, alginic acid, chitosan