



## 저작자표시 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.
- 이차적 저작물을 작성할 수 있습니다.
- 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#) 

박사학위논문

비타민나무 추출물 처리에 의한  
피부건강기능성 의류소재 연구

제주대학교대학원

패션의류학과

Badmaanyambuu Sarmandakh

2022년 2월



# 비타민나무 추출물 처리에 의한 피부건강기능성 의류소재 연구

지도교수 이 은 주

Badmaanyambuu Sarmandakh

이 논문을 이학 박사학위 논문으로 제출함

2022년 2월

Badmaanyambuu Sarmandakh의

이학 박사학위 논문을 인준함

심사위원장	_____	권 숙 희	(인)	
위	원	_____	최 종 명	(인)
위	원	_____	이 은 주	(인)
위	원	_____	한 충 훈	(인)
위	원	_____	오 산 수 민	(인)

제주대학교 대학원

2022년 2월

# A Study of skin health functional textiles by treatment with Sea Buckthorn extract

Badmaanyambuu Sarmandakh  
( Supervised by professor Eunjou Yi)

A thesis submitted in partial fulfillment of the requirement for the  
degree of Doctor of Science

2022. 02.

This thesis has been examined and approved

Department of Fashion and Textiles  
GRADUATE SCHOOL  
JEJU NATIONAL UNIVERSITY

# 목 차

Abstract .....	vi
List of Tables .....	x
List of Figure .....	xiv

## 연구 1. 비타민나무잎 열수추출물 염색을 이용한 피부건강기능성 의류소재

1. 연구의 필요성과 목적 .....	1
1.1 연구 배경 및 필요성 .....	1
1.2 이론적 배경 .....	4
1.2.1. 비타민나무의 서식과 활용 .....	4
1.2.2. 비타민나무 잎의 성능 .....	7
1.2.3. 식물 잎을 이용한 직물의 천연염색 .....	10
1.3. 연구 목표 .....	17
2. 재료 및 연구방법 .....	18
2.1. 재료 .....	18
2.1.1. 식물 .....	18
2.1.2. 비타민나무잎 .....	18
2.1.3. 시약 .....	19
2.2. 실험방법 .....	19
2.2.1. 열수추출물 .....	19
2.2.2. 열수추출물의 특성분석 .....	20
1) 자외선·가시광선 흡수 스펙트럼 측정 .....	20
2) 적외선분광기 스펙트럼 (FT-IR) 측정 .....	20
2.2.3. 열수추출물의 피부건강기능성 평가 .....	20
1) 피부 독성 .....	20
2) DPPH radical 소거 활성 .....	21

3) 총 폴리페놀 함량 .....	21
4) 항미생물성 .....	22
2.2.4. 식물 염색 .....	23
1) 염색 조건 .....	23
2) 염착량 및 색채특성 .....	23
3) 염색견뢰도 .....	24
2.2.5. 염색식물의 피부건강기능성 평가 .....	24
1) 항미생물성 .....	24
2) 자외선차단성 .....	25
3. 연구결과 및 고찰 .....	26
3.1. 비타민나무잎 열수추출물의 특성과 피부건강기능성 .....	26
3.1.1. 성분특성 .....	26
1) 자외선·가시광선 흡수 스펙트럼 특성 .....	26
2) 적외선 흡수 스펙트럼 (FT-IR) 특성 .....	26
3.1.2. 피부건강기능성 .....	28
1) 피부 독성 .....	28
2) DPPH radical 소거 활성 .....	29
3) 총 폴리페놀 함량 .....	30
4) 항미생물성 .....	30
3.2. 비타민나무잎 열수추출물에 대한 식물의 염색성과 색채특성 .....	32
3.2.1. 염착성과 색채특성 .....	32
1) 온도와 시간에 따른 염착성 .....	32
2) 염액 pH에 따른 염착성 .....	39
3) 색채특성 .....	41
3.2.2. 염색견뢰도 .....	55
3.3. 비타민나무잎 열수추출물 염색 식물의 피부건강기능성 .....	61
3.3.1. 항미생물성 .....	61
3.3.2. 자외선차단성 .....	64
4. 결론 및 제언 .....	66

## 연구 2. 비타민나무 열매 정유의 마이크로캡슐 가공을 이용한 피부건강기능성 의류소재

1. 연구의 필요성과 목적 .....	69
1.1 연구 배경 및 필요성 .....	69
1.2 이론적 배경 .....	71
1.2.1. 비타민나무 열매 정유의 특성과 활용 .....	71
1.2.2. 마이크로캡슐 가공 기술 .....	72
1.3 연구 목표 .....	82
2. 재료 및 연구방법 .....	83
2.1. 재료 .....	83
2.1.1 식물 .....	83
2.1.2. 비타민나무 열매 정유 .....	83
2.1.3. 마이크로캡슐 재료 및 시약 .....	84
2.2. 실험방법 .....	84
2.2.1. 비타민나무 열매 정유의 특성 분석 .....	84
1) 적외선분광기 스펙트럼 (FT-IR) 측정 .....	84
2) Gas chromatograph-Mass spectrometer 분석 .....	85
2.2.2. 비타민나무 열매 정유의 피부건강기능성 평가 .....	86
1) 피부 독성 .....	86
2) 향미생물성 .....	86
2.2.3. 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐 제조 최적화 .....	87
1) 반응표면 실험계획법 .....	87
2) 마이크로캡슐 제조 최적화의 실험설계 .....	89
3) 통계분석 .....	92
2.2.4. 마이크로캡슐의 제조 방법과 특성 .....	92
1) 코아세르베이션 마이크로캡슐의 제조 .....	92
2) 현미경 관찰 .....	95
3) FE-SEM을 이용한 표면관찰 .....	95

4) 마이크로캡슐의 수율 .....	95
5) 입도평균 D[4,3] 및 입도분포 분석 .....	96
6) 정유의 흡광도 .....	97
7) 방출거동 .....	97
8) 열적특성 .....	97
2.2.5. 마이크로캡슐을 이용한 식물 가공 .....	98
1) 가공방법 .....	98
2) 부가량 .....	99
3) FE-SEM을 이용한 표면관찰 .....	99
2.2.6. 마이크로캡슐 가공 식물의 물리적 성질과 쾌적성 .....	100
1) 전자코를 이용한 정유 방출성능 .....	100
2) 강연도 .....	101
3) 투습성 .....	101
4) 공기투과도 .....	102
2.2.7. 마이크로캡슐 가공 식물의 피부건강기능성 .....	102
1) 향미생물성 .....	102
3. 연구결과 및 고찰 .....	104
3.1. 비타민나무 열매 정유의 특성과 피부건강기능성 .....	104
3.1.1. 성분특성 .....	104
1) 적외선 흡수 스펙트럼 (FT-IR) .....	104
2) Gas chromatography-Mass spectrometer 분석 .....	104
3.1.2. 피부건강기능성 .....	112
1) 피부독성 .....	112
2) 향미생물성 .....	113
3.2. 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐 제조 최적화 .....	114
3.2.1. 마이크로캡슐의 크기와 분포 특성 .....	114
3.2.2. 코아세르베이션 마이크로캡슐의 최적화 모델링 .....	124
1) 마이크로캡슐 수율의 최적화 모델링 .....	125
2) 입도평균 D[4,3]의 최적화 모델링 .....	133



3) 입도분포 (Span)의 최적화 모델링 .....	143
4) 마이크로캡슐의 최적배합비 도출 및 검증 .....	153
3.2.3. 최적화 마이크로캡슐의 물리적 성질 .....	156
1) FE-SEM 이용한 표면광찰 .....	156
2) 입도평균 D[4,3] 및 입도분포 .....	156
3) 적외선 흡수 스펙트럼 (FT-IR) .....	158
4) 정유의 흡광도와 방출거동 .....	161
5) 열적특성 .....	163
3.3. 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐 가공 직물의 쾌적성과 피부 건강기능성 .....	165
3.3.1. 물리적 성질과 쾌적성 .....	165
1) 마이크로캡슐의 부가량 .....	165
2) FE-SEM 이용한 직물 표면관찰 .....	168
3) 전자코를 이용한 정유 향기 방출성 .....	171
4) 강연도 .....	188
5) 투습성 .....	191
6) 공기투과도 .....	193
3.3.2. 피부건강기능성 .....	196
4. 결론 및 제언 .....	203
참고문헌 .....	206
감사의 글 .....	230

## ABSTRACT

This study was carried out in order to develop a novel skin-health functional textile using Sea Buckthorn leaves and fruit oil. Precisely first (Study I) it was aimed to identify optimized dye conditions of hot water extract of Sea Buckthorn leaves for two different knit (cotton single jersey, nylon/PU tricot) considering the effects of temperature, time, dye concentrations, and pH of dye bath, to investigate color characteristics and dyeing fastness of dyed knits, and to explore antimicrobial activities and UV protective properties as skin health functions. Secondly another study (Study II) was performed to optimize the conditions of microencapsulation of Sea Buckthorn fruit oil using chitosan and arabic gum as wall material, to investigate volatile characteristics of prepared microcapsules of Sea Buckthorn fruit oil using electronic nose according to add-on of microcapsules on knit and treatment methods for each knit, and finally to explore antimicrobial activities depending on laundry repetition.

The results of Study I and Study II are as follows;

### **Study I : Textiles with skin-health functions by dyeing with hot water extract of Sea Buckthorn leaves**

- 1) Hot water extract of Sea Buckthorn leaves showed peaks at 246nm and 353nm respectively in UV-vis spectra and its main component was thought as flavonoid by FT-IR spectrum.
- 2) Hot water extract of Sea Buckthorn leaves was found as safe in terms of skin toxicity under less concentration of 0.2 $\mu$ g/mL and it showed Antioxidant activities even under the concentration of 0.005 $\mu$ g/mL
- 3) The optimal dyeing conditions for cotton were determined as 60°C, 60min, and acidic state showing hue of YR(Yellow Red) and Y(Yellow) and tone of light,

soft, and dull with pH adjustment. As for nylon/PU, 80°C, 60min, and acidic state were conformed as optimal dyeing condition and the dyed nylon/PU showed hue of YR(Yellow Red) and Y(Yellow) and tone of light, soft, and dull with pH adjustment.

- 4) Most of dyeing fastness for cotton with tone of light, soft, and dull were found as good by getting grades of 4~5 grades except for light fastness with grade of 2. Nylon/PU with tone of dull had higher grades than 4 for most of dyeing fastness even though it showed grade of 1 for light fastness, which needs to be improved in a future study.
- 5) As for skin-health function, antimicrobial activity was quantitatively evaluated with bacterial reduction rates for each fibers. Excellent antimicrobial activities over 99.9 % reduction rate against *Staphylococcus aureus* and *Klebsiella pneumoniae* were exhibited for both of cotton and nylon/PU knit undergone more than 10 %(owf) of dye concentration.
- 6) UV protective properties were all very excellent or each fibers in that both of cotton under more than 10%(owf) dye concentration and nylon/PU under more than 20%(owf) dye concentrations showed 50+ grade for UV protection factor and more than 90% for UV cut ratio

These results could lead to the conclusion that hot water extract of Sea Buckthorn leaves is a novel resource for natural dyeing to textiles and I could provide skin-health functions like antimicrobial activity and UV protection property to textiles.

## **Study I : Textiles with skin-health functions by treating microcapsules containing Sea Buckthorn fruit oil**

- 1) Sea Buckthorn fruit oil showed a peak at 472nm in UV/vis spectrum and it was confirmed as safe in terms of cell toxicity and as having excellent antioxidant activities of 99.9% of bacterial reduction rate against *Staphylococcus aureus*.
- 2) Response surface methodology was employed to figure out the optimal conditions for preparing chitosan-arabic gum microcapsule containing sea buckthorn fruit oil using coacervation method as suggesting that 4.480(wt%) as buckthorn fruit oil rate, 4.5803(wt%) as the rate of emulsifier(Tween 80), 10.3535rpm as stirring speed, 3min 3434 second as stirring duration are the optimized conditions. Moreover the optimized model was thought as better for particle size diameter of microcapsule containing sea buckthorn fruit oil with thermal stability by TGA.
- 3) Chitosan-arabic gum microcapsule containing sea buckthorn fruit oil was treated on cotton and nylon/PU knit respectively using both bath immersion method (BIM) and screen printing method (SPM). The treated knits showed higher add-on rates for SPM than for BIM, which was proportional to microcapsule concentrations in bath.
- 4) Volatile characteristics of prepared microcapsules of Sea Buckthorn fruit oil were investigated using electronic nose by rubbing the treated knit, which showed that the treated knits were differentiated from untreated one in terms of volatility and their volatility got stronger as microcapsule concentration in bath increased.
- 5) As physical property, flexibility of the treated knit was slightly decreased but it was thought as rarely influencing on wear and touch sensation. As comfort factors, water-vapor permeability and air permeability were tested showing that their values decreased slightly, which might not be related to wear comfort.
- 6) As a skin-health function, antimicrobial activity was found as excellent in that cotton knit by SPM and nylon/PU knit exhibited more than 90% of bacterial reduction rate even after repeated laundry.

From these results, it was concluded that chitosan-arabic gum microcapsule containing sea buckthorn fruit oil could be utilized for textiles to provide antimicrobial activity as a skin-health function by releasing volatile components in wear.

**Key words:** Sea Buckthorn, leaf, oil, cotton, nylon/PU, dyeing fastness, optimal condition, natural dyeing, microcapsule, response surface, electronic nose, volatile characteristics, antimicrobial activity, UV protection property

## List of Table

Table 1-1. Local languages of Sea Buckthorn according to nations .....	5
Table 1-2. Previous works of natural dyeing with botanical peel, fruit, and flower .....	12
Table 1-3. Previous works of natural dyeing with botanical root .....	13
Table 1-4. Previous works of natural dyeing with botanical leaf .....	14
Table 1-5. Characteristics of specimens .....	18
Table 1-6. Antimicrobial activity of hot water extract of Sea Buckhorn leaves .....	31
Table 1-7. Color characteristics of dyed cotton knit fabric depending on dye concentrations (60°C, 60min) .....	43
Table 1-8. Color characteristics of dyed nylon/PU knit depending on dye concentrations (80°C, 60min) .....	44
Table 1-9. Color characteristics of dyed cotton knit depending on pH adjustment (10% owf, 60°C, 60min) .....	46
Table 1-10. Color characteristics of dyed cotton knit depending on pH adjustment (30% owf, 60°C, 60min) .....	48
Table 1-11. Color characteristics of dyed cotton knit depending on pH adjustment (50% owf, 60°C, 60min) .....	49
Table 1-12. Color characteristics of dyed cotton knit depending on pH adjustment (80% owf, 60°C, 60min) .....	50
Table 1-13. Color characteristics of dyed nylon/PU knit depending on pH adjustment (20% owf) .....	53
Table 1-14. Color characteristics of dyed nylon/PU knit depending on pH adjustment (80% owf) .....	54
Table 1-15. Dyeing fastness properties of dyed cotton knit (60°C, 60min) .....	57
Table 1-16. Dyeing fastness properties of dyed nylon/PU knit (70°C, 60min) .....	59
Table 1-17. Dyeing fastness properties of dyed nylon/PU knit (80°C, 60min) .....	60

Table 1-18. Antimicrobial activity against <i>S. aureus</i> and <i>K. pneumoniae</i> of dyed cotton knit .....	62
Table 1-19. Antimicrobial activity against <i>S. aureus</i> and <i>K. pneumoniae</i> of dyed nylon/PU knit .....	63
Table 1-20. UV protection properties of dyed cotton knit .....	64
Table 1-21. UV protection properties of dyed nylon/PU knit .....	65
Table 2-1. Previous works of microcapsules and microcapsule-treated textiles (continued on next page) .....	76
Table 2-2. Previous works of volatile properties of oil and other natural stuff using electronic nose (continued on next page) .....	80
Table 2-3. Characteristics of specimens .....	83
Table 2-4. Analysis conditions of GC-MS .....	85
Table 2-5. Factors and limits for the Box-Behnken experimental design .....	90
Table 2-6. Experimental design matrix and coded values on experimental runs and microcapsulation process values by Box-Behnken design .....	91
Table 2-7. Electronic Nose condition for analyzing aromatic compounds .....	100
Table 2-8. Volatile compounds of Sea Buckthorn oil by GC-MS .....	105
Table 2-9. Antimicrobial activity of Sea Buckhorn oil (0.01%v/v) .....	113
Table 2-10. Microscopic shape and particles size measurements of microcapsules containing Sea Buckthorn oil .....	115
Table 2-11. Results of particle diameter distribution profiles .....	120
Table 2-12. Experimental design matrix and process values on experimental runs and response values of microcapsules by Box-Behnken design .....	124
Table 2-13. Regression coefficients and significance for microencapsulation yield .....	126
Table 2-14. Results of ANOVA for microencapsulation yield .....	127
Table 2-15. Optimization graph of response surface for microencapsulation yield .....	132

Table 12-16. Regression coefficients and significance for particle size of microcapsules .....	135
Table 2-17. Results of ANOVA for particle size of microcapsules .....	136
Table 2-18. Response surface optimization of particle size of microcapsules .....	142
Table 2-19. Regression coefficients for span distribution of microcapsules .....	145
Table 2-20. Results pf ANOVA for span distribution of microcapsules .....	146
Table 2-21. Response surface optimization of span distribution of microcapsules .....	152
Table 2-22. Lower limit and upper limit of responses for microcapsules .....	153
Table 2-23. Response surface optimization of microcapsules .....	154
Table 2-24. Numerical optimization of factors .....	155
Table 2-25. Experimental results compared with predicted values .....	157
Table 2-26. Volatile compounds identified in microcapsule treated cotton knit fabric by BIM .....	175
Table 2-27. Volatile compounds identified in microcapsule treated cotton knit fabric by (SPM) .....	179
Table 2-28. Volatile compounds identified in microcapsule treated nylon/PU knit fabric by (BIM) .....	183
Table 2-29. Volatile compounds identified in microcapsule-treated nylon/PU knit by SPM .....	187
Table 2-30. Drape stiffness of microcapsule-treated cotton knit by BIM & SPM .....	189
Table 2-31. Flex stiffness of microcapsule-treated cotton knit by BIM & SPM .....	189
Table 2-32. Drape stiffness of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM & SPM .....	190
Table 2-33. Flex stiffness of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM & SPM .....	191
Table 2-34. Water vapor permeability of microcapsule-treated cotton knit by BIM &	



SPM .....	192
Table 2-35. Water vapor permeability of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM & SPM .....	193
Table 2-36. Air permeability of microcapsule-treated cotton knit by BIM & SPM .....	194
Table 2-37. Air permeability of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM & SPM .....	195
Table 2-38. Antimicrobial activity against <i>S. aureus</i> and <i>K. pneumoniae</i> of microcapsule-treated cotton knit (BIM) depending on laundry repetition .....	197
Table 2-39. Antimicrobial activity against <i>S. aureus</i> and <i>K. pneumoniae</i> of microcapsule-treated cotton knit (SPM) depending on laundry repetition .....	198
Table 2-40. Antimicrobial activity against <i>S. aureus</i> and <i>K. pneumoniae</i> of microcapsule-treated nylon/PU knit (BIM) depending on laundry repetition .....	201
Table 2-41. Antimicrobial activity against <i>S. aureus</i> and <i>K. pneumoniae</i> of microcapsule-treated nylon/PU knit (SPM) depending on laundry repetition .....	202

## List of Figure

Fig. 1-1. Photo of Sea Buckthorn leaves and fruits .....	4
Fig 1-2. Potential uses of components from different parts of Sea Buckthorn (Rafalska et al., 2017) .....	9
Fig. 1-3. Photo of dried Sea Buckthorn leaves .....	18
Fig. 1-4. Photo of Sea Buckthorn leaves hot water extract powder .....	19
Fig. 1-5. UV/Vis spectrum of hot water extract of Sea Buckthorn leaves (0.001%w/w) .....	27
Fig. 1-6. FT-IR spectrum of hot water extract of Sea Buckhorn leaves .....	27
Fig. 1-7. Effect of hot water extract of Sea Buckthorn leaves on cell viability of DMSO cell .....	28
Fig. 1-8. DPPH radical scavenging activity of hot water extract of Sea Buckthorn leaves depending on concentrations .....	29
Fig. 1-9. Effect of temperature on dye uptake (K/S) of cotton knit depending on dye concentrations (60min) .....	33
Fig. 1-10. Effect of dyeing time and temperature on dye uptake (K/S) under 50% (owf) of dye concentration .....	34
Fig. 1-11. Effect of dyeing time and temperature on dye uptake (K/S) under 80% of dye concentration .....	35
Fig. 1-12. Effect of dyeing time and temperature on dye uptake (K/S) under 100% of dye concentration .....	35
Fig 1-13. Effect of temperature on dye uptake (K/S) of nylon/PU knit depending on dye concentrations (60min) .....	36
Fig. 1-14. Effect of dyeing time on dye uptake (K/S) under 50% of dye concentration .....	37
Fig. 1-15. Effect of dyeing time on dye uptake (K/S) under 80% of dye concentration .....	38

Fig. 1-16. Effect of dyeing time on dye uptake (K/S) under 100% of dye concentration .....	38
Fig. 1-17. Effect of dye bath pH on the K/S of cotton knit fabric dyed with Sea Buckthorn leaves hot water extract (60°C, 60 min) .....	40
Fig. 1-18. Effect of dye bath pH on the K/S of nylon/PU knit fabric dyed with Sea Buckthorn leaves hot water extract (80°C, 60 min) .....	41
Fig. 2-1. Photo of Sea Buckthorn oil .....	83
Fig. 2-2. A schematic representation of the microcapsulation process .....	94
Fig. 2-3. FT-IR spectrum of Sea Buckthorn oil .....	105
Fig. 2-4. Representative GC-MS chromatogram for volatile compounds of Sea Buckthorn oil .....	106
Fig. 2-5. Mass spectra of the peak at GC-MS RT-12.968min of Sea Buckthorn oil. DB-5MS column are shown in parentheses on each mass spectrum: a) sample, b) Butanoic acid, 2-methyl-, 3-methylbutyl ester, c) Butanoic acid, 3-methyl-, 3-methylbutyl ester, d) n-Amyl isovalerate, e) Pentanoic acid, pentyl ester, f) Pentanoic acid, 3-methylbutyl ester .....	107
Fig. 2-6. Mass spectra of the peak at GC-MS RT-23.766min of Sea Buckthorn oil. DB-5MS column are shown in parentheses on each mass spectrum: a) sample, b) n-Hexadecanoic acid, c) Octadecanoic acid, d) Tetradecanoic acid, e) Eicosanoic acid, f) Pentadecanoic acid .....	108
Fig. 2-7. Mass spectra of the peak at GC-MS RT-23.891min of Sea Buckthorn oil. DB-5MS column are shown in parentheses on each mass spectrum: a) sample, b) Ethyl 9-hexadecenoate, c) E-11-Hexadecenoic acid, ethyl ester, d) Palmitoleic acid, e) cis-9-Hexadecenoic acid, f) (E)-9-Octadecenoic acid ethyl ester .....	109
Fig. 2-8. Mass spectra of the peak at GC-MS RT-24.090min of Sea Buckthorn oil. DB-5MS column are shown in parentheses on each mass spectrum: a) sample, b) Hexadecanoic acid, ethyl ester, c) Pentadecanoic acid, ethyl ester,	

d) Eicosanoic acid, ethyl ester, e) Heptadecanoic acid, ethyl ester, f) Octadecanoic acid, ethyl ester .....	110
Fig. 2-9. Mass spectra of the peak at GC-MS RT-25.679min of Sea Buckthorn oil. DB-5MS column are shown in parentheses on each mass spectrum: a) sample, b) Linoleic acid ethyl ester, c) 9, 12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, d) 9, 12-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E)-, e) 9, 12-Octadecadienoic acid, ethyl ester, f) Ethyl -cis-, 11.trans.-octadecadienoate .....	111
Fig. 2-10. Effect of Sea Buckthorn oil on cell viability of DMSO .....	112
Fig. 2-11. Particle size diameter of microcapsules depending on stirring speed .....	122
Fig. 2-12. Particle size diameter of microcapsules depending on stirring duration .....	123
Fig. 2-13. The residual plots for a) Normal probability plot, b) Versus fits, c) Histogram, d) Versus order on microencapsulation yield .....	125
Fig. 2-14. Response contour plot showing combined effects: a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on microencapsulation yield .....	129
Fig. 2-15. Response surface plot showing combined effects: a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on microencapsulation yield .....	130
Fig. 2-16. Response contour plot and surface plot for microencapsulation yield .....	

	indicating the effects of the mutual interactions on concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ) on microencapsulation yield: a) contour plots b) surface plots .....	131
Fig. 2-17.	The residual plots for a) Normal probability plot, b) Versus fits, c) Histogram, d) Versus order on particle size of microcapsules .....	133
Fig. 2-18.	Response contour plot showing combined effect: a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on particle size of microcapsules .....	139
Fig. 2-19.	Response surface plot showing combined effect: a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on particle size of microcapsules .....	140
Fig. 2-20.	Response contour plot and surface plot for PSD [4,3] indicating the effects of the mutual interactions on concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ) on PSD [4,3]: a) contour plots, b) surface plots .....	141
Fig. 2-21.	The residual plots for a) Normal probability plot, b) Versus fits, c) Histogram, d) Versus order on span distribution of microcapsules .....	143
Fig. 2-22.	Response contour plot showing combined effect a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and	

stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on span distribution of microcapsules .....	149
Fig. 2-23. Response surface plot showing combined effect a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on span distribution of microcapsules .....	150
Fig. 2-24. Response contour plot and surface plot for Span indicating the effects of the mutual interactions on concentration of Sea Buckhorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) on Span: a) contour plots, b) surface plots .....	151
Fig. 2-25. Surface morphology with SEM micrographs (sem mag: 30.0 kx) of microcapsule a) $5\mu\text{m}$ , b) $5\mu\text{m}$ , c) $2\mu\text{m}$ , d) $1\mu\text{m}$ .....	157
Fig. 2-26. Experimental results of particle size distribution under optimized conditions .....	158
Fig. 2-27. FT-IR spectrum of chitosan .....	159
Fig. 2-28. FT-IR spectrum of arabic gum .....	160
Fig. 2-29. FT-IR spectrum of microcapsule containing Sea Buckthorn oil .....	160
Fig. 2-30. UV-Vis absorbance curve of Sea Buckthorn oil .....	161
Fig. 2-31. Calibration curve for absorbance of Sea Buckthorn oil (n-hexane) .....	162
Fig. 2-32. Release rate of Sea Buckthorn oil from microcapsules in n-hexane solution depending on time .....	163
Fig. 2-33. TGA curves of chitosan-arabic gum microcapsule containing Sea Buckthorn oil .....	164
Fig. 2-34. Add-on of microcapsule-treated cotton knit by BIM and SPM depending on microcapsule-binder concentrations .....	167
Fig. 2-35. Add-on of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM and SPM depending	

on microcapsule-binder concentrations .....	167
Fig. 2-36. SEM of microcapsule-treated cotton knit by BIM: a) UT, b) 20-7%, c) 30-7%, d) 40-10%, e) 50-10%, f) 60-10%(owf) .....	169
Fig. 2-37. SEM of microcapsule-treated cotton knit by SPM: a) UT, b) 20-7%, c) 30-7%, d) 40-10%, e) 50-10%, f) 60-10%(owf) .....	169
Fig. 2-38. SEM of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM: a) UT, b) 20-10%, c) 30-10%, d) 40-15%, e) 50-15%, f) 60-15%(owf) .....	170
Fig. 2-39. SEM of microcapsule-treated nylon/PU knit by SPM: a) UT, b) 20-10%, c) 30-10%, d) 40-15%, e) 50-15%, f) 60-15%(owf) .....	170
Fig. 2-40. Volatile profile of microcapsule-treated cotton knit by BIM using e-nose: a) MXT-5, b) MXT-1701 .....	173
Fig. 2-41. PCA biplot by e-nose in response to microcapsule-treated cotton knit fabric by BIM .....	173
Fig. 2-42. Distance of aroma pattern by e-nose between untreated and microcapsule-treated cotton knit by SPM .....	174
Fig. 2-43. Radial plots of 16 volatile compounds from microcapsule-treated cotton knit by BIM using e-nose .....	174
Fig. 2-44. Volatile profile of microcapsule-treated cotton knit by BIM using e-nose: a) MXT-5, b) MXT-1701 .....	177
Fig. 2-45. PCA biplot by e-nose in response to microcapsule-treated cotton knit fabric by SPM .....	177
Fig. 2-46. Distance of aroma pattern by e-nose between untreated and microcapsule-treated cotton knit by SPM .....	178
Fig. 2-47. Radial plots of 16 volatile compounds from microcapsule-treated cotton knit by SPM using e-nose .....	178
Fig. 2-48. Volatile profile of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM using e-nose: a) MXT-5, b) MXT-1701 .....	181
Fig. 2-49. PCA biplot by e-nose in response to microcapsule-treated nylon/PU knit fabric by BIM .....	181

Fig. 2-50. Distance of aroma pattern by e-nose between untreated and microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM .....	182
Fig. 2-51. Radial plots of 16 volatile compounds from microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM using e-nose .....	182
Fig. 2-52. Volatile profile of microcapsule-treated nylon/PU knit by SPM using e-nose: a) MXT-5, b) MXT-1701 .....	185
Fig. 2-53. PCA biplot by e-nose in response to microcapsule-treated nylon/PU knit fabric by SPM .....	185
Fig. 2-54. Distance of aroma pattern by e-nose between untreated and microcapsule-treated nylon/PU knit by SPM .....	186
Fig. 2-55. Radial plots of 16 volatile compounds from microcapsule-treated nylon/PU knit by SPM using e-nose .....	186



# 연구 1. 비타민나무잎 열수추출물 염색을 이용한 피부건강기능성 의류소재

## 1. 연구의 필요성 및 목적

### 1.1. 연구 배경 및 필요성

세계적인 메가트렌드인 에콜로지와 로하스(LOHAS)를 추구하는 사회 가치관의 흐름에 맞추어, 의류 및 직물 산업의 소비자 또한 친환경적이면서 착용자의 건강과 웰니스(Wellness)를 우선적으로 추구하고 있다. 근래에 세계적으로 건강과 관련 섬유 소재의 생산이 꾸준히 증가해 왔으며, 섬유는 피부에 접촉할 수 있는 유일한 일상생활 소재라는 특성을 가지고 있어 스킨케어, 메디컬 헬스섬유 등의 이름으로 연구·개발되어 오고 있다.

섬유 염색·가공산업은 천연염료에 비해 합성염료를 사용하여 환경을 오염시키는 주요 산업 중 하나이다(El-Nagar et al., 2005; Iqbal & Ashiq 2007). 근래에 환경에 대한 인식이 높아짐에 따라 천연염색에 대한 국제적 관심이 새롭게 대두되고 있으며, 인간 피부에 접촉하는 섬유소재의 안전성과 건강 기능성에 기여할 수 있는 장점이 있다(Iqbal & Ashiq 2007; Gulrajani, 2001). 또한 환경의 변화가 날로 심해지는 요즘 자연 친화적인 제품과 소재가 더 많이 선호되고 있으며, 이에 천연염색 관련 산업에서는 더 다양한 천연염료를 발굴하려고 노력하고 있다 (Abdel-Zaher et al., 2018). 따라서 천연염색 분야에서 새로운 천연염료를 발굴하고 친환경 염료에 대한 연구 개발이 절실한 상황이다(Hong, 2010).

천연염색이란 화학적 물질로 염색하는 것이 아닌 자연에 존재하는 다양한 색조를 가질 수 있으며 뿌리, 나무껍질, 잎, 꽃 및 과일을 포함한 식물의 다양한 부분에서 얻을 수 있다(Mongkhohrattanasit & Punrattanasin 2012). 또한 천연염료는 합성염료에 비해 생분해성이 우수하고 독성이 적으며 친환경적인 것으로 알려

져 있으며 일부 염색은 의학적 효과를 가지고 있다(Alam et al., 2007; Chengaiah et al., 2010). 구체적으로 천연염색 직물은 관절염, 당뇨병, 두통 및 과도하게 흥분된 신경을 완화시키는 치료적 특성을 가지며 혈액 순환에도 적합한 것으로 보고되며(Makkar et al., 2013), 생체적합성, 저독성, 풍부한 가용성, 항균 활성, 탈취 성능, 자외선 차단 및 친환경성을 나타내고 있어서 친환경적이고 지속 가능한 염색 공정으로 환영받고 있다(Shahid & Mohammad 2013).

천연 염료는 예로부터 양모, 실크, 면과 같은 천연 단백질 섬유뿐만 아니라 식품 기재, 가죽의 착색에도 사용되는 것으로 알려져 있다. 무알레르기, 무독성, 친환경적인 천연염료를 직물에 사용하는 것은 천연염색의 성공적인 상업적 사용, 적절하고 표준화된 염색을 위해 일부 위험한 합성염료를 피하기 위한 환경적 인식이 높아짐에 따라 그 중요성이 강화되고 있다(Amanuel et al., 2019). 천연염료는 강산, 강알칼리를 필요로 하지 않는 생산과 적용을 통하여 지속적으로 증가하고 있으며(Samanta & Agarwal 2009), 염색된 직물 재료의 요구되는 품질을 손상시키지 않는 기술을 채택해야 하면서 색상 견뢰도를 확보한 새로운 색조를 얻기 위한 천연염료가 등장하기도 하였다(Alemayehu et al., 2014). 천연염료는 더 나은 생분해성을 갖고 있으며, 다양하고, 독성이 적으며, 발암성이 없으며, 쉽게 구할 수 있고, 재생 가능하고, 친환경적이며 일반적으로 환경과의 호환성이 더 높다고 인정되고 있다(Teklemedhin & Gopalakrishnan, 2018). 또한 천연염료는 제품의 미적 가치를 향상시키며 독특하고 친환경적이다(Srivastava, 2017).

지금까지 천연염색은 나무껍질, 과일, 꽃, 목재, 잎 및 뿌리와 같은 식물의 일부에서 천연염료의 공급원을 얻어 왔다(Rosyida, 2018). 전통적으로 다른 지역의 시골 사람들은 원하는 색을 얻기 위해 주로 끓이는 방식으로 식물의 잎, 뿌리 및 나무껍질에서 추출하여 염색하고 있다(Ohama & Tumpat, 2014). 그러나 전통적인 천연염색의 자원이 한정되고, 자연환경과 산업·기술 환경이 변화함에 따라, 천연염색 산업에서는 새로운 천연염색을 발굴하고 이를 활용해야 할 필요가 대두되고 있다. 이에 천연염색으로서 가장 많이 사용되어 온 식물을 중심으로 식용으로 사용하는 과실 등 주요 부위를 제외한 나머지 부위를 탐색하여, 천연염색으로 활용하려는 시도가 이루어지고 있다. 구체적으로 양파껍질(Yeo et al., 2018), 오렌지와 귤 껍질(Hou, et al., 2013)과 같은 농업 폐자원과 감태(Sarmandakh et al., 2017) 등 기

존 천연염색으로 사용되지 않지만 현재 풍부한 양이 생산되어 염색으로 활용할 가치가 있는 천연물 등이 있다.

비타민나무는 국내에서는 산자나무라고 불리우기도 하며, 원산지가 북아시아와 유럽으로 비타민나무의 열매는 예로부터 몽골, 티벳, 중국을 포함한 여러 나라에서 약용 및 건강기능성 식품으로 활발하게 사용되어 왔다. 국내에서도 강원도를 중심으로 비타민나무 재배 산업이 발달하면서 국내 소비자들도 비타민나무 열매 등 추출물 활용 제품에 관심이 높아지고 있다. 또한 비타민나무의 잎은 근래에 다양한 생리활성이 과학적으로 확인되어(Cho & Kim 2015; Mishra et al., 2008), 식품과 화장품 등에 적용될 수 있는 가능성이 시사되고 있다. 이에 비타민나무 열매를 주로 산업에서 활용하고 난 후에 폐자원으로 남는 비타민나무 잎을 천연염색으로 활용할 수 있다면, 새로운 고부가가치 천연염색 자원을 발굴한다는 점에서 의의가 있을 뿐 아니라 환경보전과 지속가능한 염색산업 생태계에 기여를 할 수 있을 것이다.

한편 천연염색을 위한 섬유소재로는 전통적으로 면, 마, 견 등의 천연섬유가 주를 이루고 있으나, 현재 생산량과 사용 비중이 가장 높은 합성섬유 소재를 위한 천연염색 기술이 개발된다면 천연염료의 활용이 확대될 수 있을 뿐 아니라, 합성섬유에 천연물이 첨가되어 섬유제품 자체의 인체친화성이 개선될 수 있을 것이다. 그러나 현재 나일론 섬유를 포함한 합성섬유의 천연 염색에 관한 연구는 소수(Bae & Huh, 2006; Lee et al., 2002)에 불과하여 많은 연구가 진행된 것은 아닌 것으로 보인다. 또한 나일론 섬유의 단점으로 지적되고 있는 자외선과 같은 열에 약한 물성을 다양한 조건에서 평가하여 이에 대한 개선 방안을 모색하는 연구들은 거의 진행되지 않고 있다. 이에 나일론과 같은 합성섬유에 비타민나무 잎을 천연염색으로 염색기술을 개발한다면 합성섬유소재를 위한 새로운 천연염색 기술이라는 점에서 산업적 확대가 기대될 수 있다.

다양한 천연염료 재료는 항균 특성을 가지고 있어서 이러한 염료로 염색한 직물도 항균성을 나타낼 가능성이 있으며, 이에 많은 연구자들이 천연염색한 직물 소재의 항균성을 보고해오고 있다(Saxena & Raja, 2014; Prabhu & Teli, 2014). 또한 천연염료 처리 후 천연 셀룰로오스 섬유의 자외선 차단 특성이 향상된다는 연구 결과가 여러 연구자들에 의해 보고되고 있다(Chattopadhyay et al., 2013; Katarzyna & Kowalinski, 2008). 현재 천연염색 섬유소재의 피부건강기능성으로

서 향미생물성과 방미성, 자외선차단성, 보습성, 항산화성 등이 고찰되고 있으며, 이는 피부에 직접 밀착되는 섬유·의류제품의 소재에 적용될 경우에 그 효능이 더욱 효과적으로 발휘될 수 있을 것이다.

이에 본 연구는 비타민나무의 잎을 천연염색 재료로 활용하여 대표적인 피부 밀착 의류소재인 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물을 대상으로 염색성과 색채 특성, 염색 견뢰도를 토대로 최적 염색조건을 규명하고, 비타민나무 잎 추출물로 염색한 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물의 피부건강기능성으로 항균성과 자외선 차단성을 평가함으로써, 새로운 천연염색 섬유소재 개발을 시도하고자 한다.

## 1.2. 이론적 배경

### 1.2.1. 비타민나무의 서식과 활용

일반적으로 비타민나무(*Hippophae rhamnoides* L., Sea Buckthorn)는 진정쌍떡잎식물 장미군 장미목 보리수나무과에 속하며 전 세계적으로 7종 11아종이 확인되었다(Kapoor, 2017). 비타민나무는 국내에서는 산자나무로 불리우며 밝은 주황색의 새콤달콤한 열매를 맺으며 원산지는 북아시아와 유럽으로 북아메리카에서는 인기있는 관상용 관목으로 알려져 있다. 또한 번식력이 우수하여 가시가 많은 관목은 민감한 식물이 짓밟히는 것을 방지하는데 유익한 것으로 입증되었다(Small et al., 2011). 비타민나무의 잎과 열매의 사진은 <Fig. 1-1>과 같다.



Fig. 2-1. Photograph of Sea Buckthorn leaves and fruits

비타민나무는 일반적으로 보리수나무(*Elaeagnaceae*)에 속하며 27°-69° N 위도와 7° W~122° E 경도의 온대 지방에 널리 분포하는 토착 식물로서 발생하였다(Pant et al., 2014). 전례에 의하면 유럽, 아시아, 러시아의 지역 우크라이나, 몽골, 전 동독 및 핀란드에서 재배된 품종이 알려졌으며, 현재는 러시아, 중국, 카자흐스탄, 터키, 루마니아, 스위스, 프랑스, 영국, 핀란드, 노르웨이, 스웨덴에, 스칸디나비아, 캐나다 및 기타 국가에서 번식 작업이 진행되고 있다(Aras et al., 2007). 비타민나무는 sandthorn, sallowthorn 또는 seaberry라고도 알려져 있으며(Zielińska et al., 2017), 국가 별로 명칭과 분류가 조금씩 다르다. <Table 1-1>는 국가 별 비타민나무의 명칭을 정리한 것이다. 국내에서는 최근 2000년 초부터 “비타민나무”, “산자나무”, “갈매보리수나무”라고 불리며 강원도 춘천지역에서 처음 재배가 시작되었으며, 식품과 피부미용제품 등 다양한 상품들이 시판되고 있다.

Table 1-1. Local languages of Sea Buckthorn according to nations

Nations	Local languages	Nations	Local languages
Scientific	Hippophae rhamnoides L.	Spanish	Espino Amarillo
English	Sea-Buckthorn	Swedish	Havtorn
Russia	Oblepika	Denmark	Tindved
China	Sebu	Poland	Rokitnik
Germany	Sanddorn	Mongolia	Yashildoo, Chatsargana
France	Argousier	Korean	비타민나무, 산자나무, 갈매보리수나무
Dutch	Duindoorn	Italian	Olivello Spinoso
Finnish	Tyrni	India	Leh

*Hippophae* 속은 세계에서 7 종 8 아종이 분포되어 있으며(Swenson & Bartish 2002; Bartish et al. 2000; Sun et al., 2002)있으며, “Qinghai-Xizang”고원과 아시아에서 자연적으로 분포되어 있는 *Hippophae rhamnoides* L.(비타민나무)은 인접한 지역으로 제외하고 아시아에서 유럽으로 자연적으로 전파되어 남미 및 북아메리카에 소개되었다(Ruran & Li, 2005). 그러나 *H. rhamnoides*의 6 종 아종에서 *H. rhamnoides* ssp. *sinensis* 및 *H. rhamnoides* ssp. *mongolica*는 러시아, 몽골, 중국, 및 아시아와 동유럽의 다른 국가에 주로 광범위하게 분포되어있다.

비타민나무는 아시아와 유럽에서 전통 의학에서 수년 동안 사용되어왔으며 그 건강 효능이 당나라 (618-907 CE)와 청나라 시대에 저술된 *Siu Yidian*과 *Jing Zhu Ben Cao*를 포함한 다양한 출처에서 상세하게 설명되어 있다. 티베트에서는 약 서기 900년에 의약 치료법으로 사용된 바 있으며, 당나라의 "RGyud Bzi" 라는 4권의 약용서에 또한 비타민나무의 약용 사용법이 기재되어 있다(Rajchal, 2009). 이에 의하면 비타민나무는 몽골 전역에 보급된 13세기 이래 전통 몽골 의학에서 지속적으로 사용해 온 것을 알 수 있다(Olas 2018). 또한 비타민나무는 당나라 이후 중국 전통 의학에서 1000년 이상 사용해 왔으며, 전통적으로 아시아, 북유럽 국가 및 발트해 지역 주민들이 음식, 연료, 의약, 수의학, 농업 도구 및 생물 펜싱의 다차원적 측면에서 활용되고 있음을 보고되어 왔다(Nazir & Bashir 2017).

또한 비타민나무(Sea Buckthorn, *Hippophae rhamnoides* L.)는 생태학적으로나 경제적으로 유익한 식물로 사용되어 왔다. 나라 별로 서식 특성과 활용을 살펴보면 인도의 경우에 대부분 북부 지역에 비타민나무가 자연적으로 서식하며, 이 중 Ladakh 지방에서는 비타민나무가 "Tsermang"으로, 그 과일은 "Tsestalullu"라고 불렀다(Kumar et al., 2011). 인도에서는 1954년 이래 Himalayas의 차가운 사막 지역과 기후가 유사한 취약한 산악 지대의 토양 침식을 막아 주기 위해 비타민나무를 널리 심었다(Goyal et al., 2011). 또한 인도의 자생종인 *H. salicifolia* 아종은 유라시아의 저지대 해발의 주로 중부 및 동부 아시아, 북서부 Himalayas 지역 Pakistan에서 Himanchal Pradesh, Uttarakhand, Nepal 및 동부까지 재배되는 비타민나무의 종류이다(Gupta et al., 2011).

몽골에서는 1965년 이후 러시아 식물과학자들이 특정 아종인 *Hippophae rhamnoides* subsp. *mongolica*를 개발하였으며, 몽골의 잡종과 외국 품종과 국경을 넘

은 연구자들이 소개한 3가지 품종(Chandmani, Ulaangom, Tes)이 있고 이들은 극한의 혹독한 몽골 기후에 가장 적합하였다(Bolor et al., 2016).

비타민나무는 러시아연방의 거의 모든 육상 지역에서 재배되며(Gatin 1963) 러시아에서 비타민나무의 산업은 1940년대부터 과학자들이 열매, 잎 및 껍질에서 발견되는 생물학적 활성 물질을 조사하기 시작한 이래 매우 발달되어 왔다. 적응성과 내성 및 수확량 개선을 위한 육종 프로그램이 1960년 이래로 수행되어 왔으며, 러시아, 중국 및 몽골을 중심으로 비타민나무의 경작 품종을 성공적으로 개발해왔다(Ruran & Li, 2005).

### 1.2.2. 비타민나무 잎의 성능

비타민나무는 주로 열매가 식용으로 활발히 사용되어 왔으나, 줄기와 잎, 씨앗을 포함하는 그 외 부위들도 점차 다양한 용도로 쓰여오고 있다. <Fig. 1-2>에 비타민나무의 각 부위 별로 잠재적인 사용이 기대되는 항목들을 제시하였다. 잎은 대체로 은색 또는 회색의 단순한 형태로 길이 3-8cm, 폭 7mm 미만이며, 일반적으로 위쪽이 녹색이며 아래쪽은 은색의 화산재 색을 띠며 거칠고, 그 아래의 가지는 종종 수많은 딱딱한 가시들로 덮여있다(Řzníčková & Plšek 2008; Kumar et al., 2011). 비타민나무 잎은 탄닌, 페놀산 및 휘발성 화합물이 풍부한 것으로 알려져 있으며(Singh et al., 2014), 평균 3.8%의 당류를 함유하고 있고, 프로토펙틴-0.2%, 유기산-1%, 카테킨-170mg/100g, 폴리페놀, 카로티노이드 리코펜, 바이오 플라보노이드 및 쿠마린을 함유하고 있다. 비타민나무 잎에는 비타민 C(최대 370mg/100g)와 탄닌(8%)이 함유되어 있다고 보고되어있다(Krejcarová, et al., 2015). 젊은 잎은 높은 양분, 카로틴 및 플라보노이드를 함유하고 있으며 일반적으로 잎의 비타민 C는 열매에서 보다 높게 나타났다. 이는 실제로 비타민과 플라보노이드를 추출하기 위한 주요 원료 중 하나로 사용되어왔다. 그 밖에 비타민나무 잎에는 비타민 E, 카테킨, 식물성 페놀 엘라그산, 퀘르세틴, 엽산, 중요한 칼슘, 마그네슘, 칼륨의 항산화 물질이 함유되어 있으며(Suryakumar & Gupta 2011), 상당한 양의 단백질(평균 15%)을 포함하고 있다(Mani et al., 2013).

비타민나무 잎의 생리활성 효능에 대한 선행연구들을 살펴보면, 비타민나무 잎에서 quercetin, galic acid 등의 생리활성물질이 함유되어 피부질환, 상처, 염증치료



의 효과와 세포보호 효과, 항노화, 항산화, 항암 등에 효과적이라는 연구결과가 보고된 바 있다(Cho & Kim 2015). 비타민나무 잎에서 추출한 식물성 화합물 "Hiporamin"은 항바이러스 및 항균 작용에 효과가 있는 것으로 나타났다(Mishra et al., 2008). 또한 Sprague-Dawley rats를 이용한 상처치유효과를 알아본 결과 1.0%의 비타민나무 잎 열수추출물에서 대조군 대비 40%의 높은 효과를 보였다고 보고되었다(Gupta et al., 2005; Ganju et al., 2005). 염증을 유발한 쥐 모델 실험에서 비타민나무 잎의 70% 에탄올 추출물은 대조구와 비교하여 유의한 관절염 치료효과를 보인다고 보고되었다. 또한 비타민나무 잎의 추출물은 항산화, 항박테리아, 항바이러스, 항종양 및 면역 조절의 특성을 보였으며(Tsybikova et al., 1983; Ganju et al., 2005), 비타민나무 잎 열수추출물은 저산소증에 의한 산화 손상으로부터 신경세포를 보호하는 성능이 있었다(Narayanan et al., 2005). 또 다른 선행연구(Padwad et al., 2006)에서는 잎 추출물은 화상, 피부균열, 옴, 각화증 및 경화증의 치료를 위한 연고에도 사용되었다.



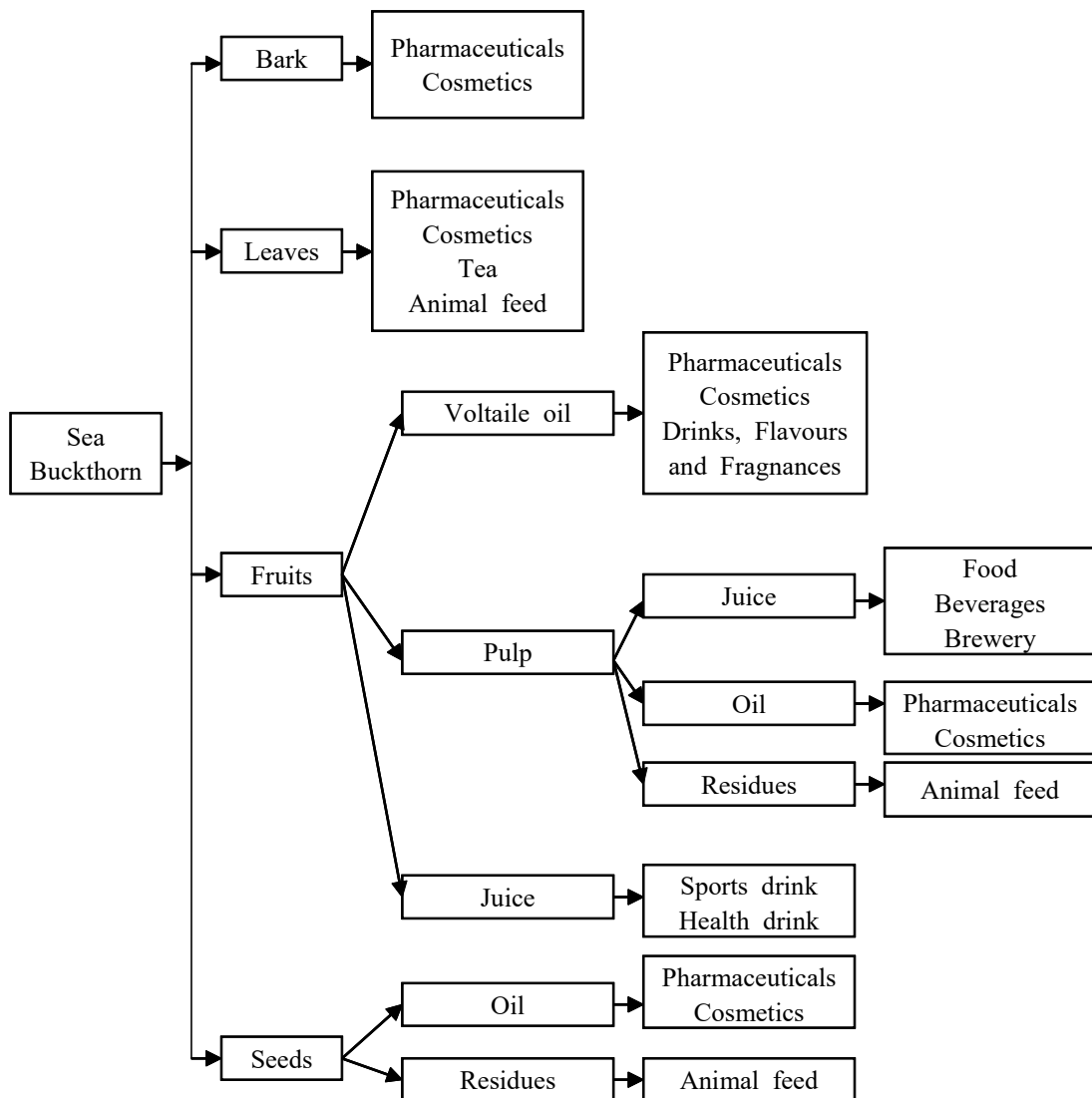


Fig 1-3. Potential uses of components from different parts of Sea Buckthorn (Rafalska et al., 2017)

### 1.2.3. 식물 잎을 이용한 식물의 천연염색

식물의 염색은 염료나 안료 등을 이용하여 식물에 착색하는 과정을 말하고 작물의 성질과 외관을 물리 화학적으로 변화시켜 섬유제품의 가치를 향상시키는 기술적 공정으로 볼 수 있다(Cho, 2015). 근래의 전 세계적으로 친환경을 중시하는 기조 속에서 천연염료는 지속가능형 색소 소재원으로 다시 한번 주목받고 있으며, 국제적으로 천연염료에 대한 관심이 크게 일어나고 있다(Hong, 2010). 식물염색에서 세계적으로 천연염료의 사용이 많아졌는데, 천연염료는 합성염료에 비하여 미생물 분해성이 더 좋고, 환경에 대한 친화성이 뛰어나기 때문이다(Das et al., 2016). 이러한 흐름은 친환경 자연주의 및 지속가능성 제품의 수요 증가로 이어지고 있으며, 섬유 소재를 비롯해 패션제품 등 광범위한 분야에서 변화가 감지되고 있다(Sarmandakh et al., 2017). 천연염색 및 기능성 원단에 대한 소비자들의 관심이 높아지고, 이를 위해 기능성을 지닌 천연염색 식물에 대한 연구가 진행되고 있다(Son et al., 2014). 이에 천연염색 특유의 은은한 색감과 저채도의 세련된 색 및 기능성의 함유, 여러 가지 천연물의 향균, 항산화, 미백, 보습, 피부노화 억제 효과 등이 과학적으로 입증되고 있다(Choi et al., 2012).

섬유·식물을 대상으로 하는 천연염색의 자원으로는 식물, 동물, 광물 유래의 물질들이 사용되어 왔다. 이 중 식물이 가장 풍부한 천연염색을 제공해 왔는데, 꽃, 줄기, 잎, 뿌리, 열매의 속과 껍질 등 다양한 부위가 염색으로 쓰여왔다. 홍화화 괴화, 봉숭아, 메리골드는 꽃을 이용하는 대표적인 천연염색이며, 쪽과 쪽은 식물의 잎과 줄기를 한꺼번에 사용한다. 자초와 소목은 식물의 뿌리를, 치자와 감은 열매를 염색으로 사용하는 대표적인 천연염색이다.

전통적인 천연염색 외에 자연과 산업 환경의 변화로 새로운 천연염색이 지속적으로 발굴되고 있다. 대표적인 사례가 천연 폐자원과 부산물을 천연염색으로 사용하여 천연물의 2차 사용을 통해 자원의 낭비를 줄이고 환경 보존과 지속가능성을 추구하는 것이다. 특히 식물의 잎은 전통적으로는 천연염색으로 사용된 바가 흔하지 않으나, 근래에 들어 임·농업의 부산물인 잎을 천연염색에 활용하여, 새로운 천연염색 기술로서 소개하는 연구와 기술들이 증가하고 있다.

<Table 1-2>는 전통 염색 외에 새로 발굴한 식물의 꽃과 열매, 껍질을 이용한 천연염색 선행연구들이다. 망고스틴(Chairat et al., 2007), 오렌지(Hou et al., 201

3), 호두(Nizam et al., 2017)의 껍질을 천연염재로 사용하였으며 블랙커런트(Yasukawa et al., 2017)와 당유자의 미숙과(Yi & Yoo, 2010)로부터 천연추출물을 얻어 견과 면직물의 염색성과 항균 기능을 규명하였다. 천연염재로 활용된 꽃으로는 금잔화(Ali et al., 2016)와 *Thespesia populnea*(Kumaresan, 2018), 유칼립투스꽃(Jihad, 2014) 추출물로 면과 견직물의 염색성, 매염제의 영향, 염색 견뢰도를 고찰한 바가 있다. 식물의 부위 중에서 뿌리는 약용으로 많이 쓰이지만, 그 효능을 직물 소재에 적용할 수 있으며 대부분 짙은 색조로 염색성이 우수하다는 장점이 있어서, 섬유소재의 천연염색 자원으로 활발히 사용되어 왔다. 근래에 전통적인 천연염재로 사용되어 온 뿌리 부위는 강황(울금)(Tayade & Adivarekar, 2013; Haji, 2019; Dhandapani & Sarkar 2007; Ghoreishian et al., 2013; Mozumder & Majumder, 2016), 지치뿌리, 꼭두서니 등이 있는데, 이를 현대 과학으로 색소와 염색성을 규명한 선행연구들이 주를 이룬다(<Table 1-3>).

전통적으로 천연염재로 쓰여온 식물의 잎은 쪽(Baig, 2010)과 쪽 등이며 이는 잎과 줄기의 식물 전체를 사용한 경우이다. 근래에 유칼립투스(Jihad, 2014)나 헤나(Bhuiyan et al., 2018; Yusuf et al., 2012)를 비롯하여 허브식물의 염색이나 모발 염색에 쓰이던 염재를 섬유에 적용한 연구들이 있다. 또한 열매와 뿌리, 꽃을 식품이나 관상, 약용으로 사용하고 난 후에 남는 부산물로서 식물의 잎 염색을 시도한 연구가 점차 증가하고 있다. 대표적으로 레몬나무 잎(Repon et al., 2016)과 바나나 나무 잎(Repon et al., 2016), 아몬드나무 잎(Vadwala & Kola, 2017)을 천연염재로 사용하여 다양한 섬유소재의 염색성과 기능이 타진되고 있다.

비타민나무는 주로 열매를 식용과 뷰티제품의 소재로 사용하고 있는데, 비타민나무의 잎 또한 열매를 사용하고 난 후의 부산물로서 섬유에의 염색 활용성이 확인된다면, 인체친화적이며 자원활용 가치가 있는 새로운 천연염재의 발굴이라는 면에서 그 가치를 찾을 수 있을 것이다. 또한 선행연구들에서 활발히 다루어지지 않았던 합성섬유에 대한 염색성을 함께 고찰한다면, 현대의 메가트렌드인 웰니스 생활에서 착용되는 애슬레저 및 아웃도어 패션소재의 천연염색으로 인체친화성과 피부건강기능성을 강화시킬 수 있을 것이다.

Table 1-2. Previous works of natural dyeing with botanical peel, fruit, and flower

Authors and year	Main contents
Chairat et al., (2007)	망고스틴 가르시니아, 망고스타나 린의 열매 껍질 추출물을 이용. 면과 견직물의 염색성, FT-IR, 매염제, 염색견뢰도를 고찰함.
Hou et al., (2013)	오렌지 껍질 추출물을 이용. 양모 직물의 염색성, UV/vis spectrum, pH, FT-IR, 매염제, 자외선차단성, 염색견뢰도를 고찰함.
Jadav et al. (2017)	Araucaria columnaris의 껍질 추출물을 염재로 사용함. 항산화 특성, 면직물의 염색성, 매염제(전매염, 동시매염, 후매염), 염색견뢰도를 고찰함.
Pawar et al. (2018)	Source Areca Nut 추출물, 나일론과 폴리에스터 직물의 염색성, 폴리페놀, UV/vis spectrum, FT-IR, 자외선차단성, 염색견뢰도
Nizam et al. (2017)	호두껍질 추출물, 면 편성물의 염색성, pH, 매염제(전매염, 메타매염, 후매염), 염색견뢰도
Yasukawa et al. (2017)	블랙커런트 열매에 존재하는 천연염료는 4가지 유형의 안토시아닌, 즉 델피니딘-3-글루코시드, 델피니딘-3-루티노시드, 시아니딘-3-글루코시드 및 시아니딘-3-루티노시드 확인됨, 면과 견직물의 염색성, 항균성, 자외선차단성, 염색견뢰도
Yi, E., & Yoo, E. S. (2010)	Unripe citrus grandis osbeck(당유자 미숙과)의 추출물, 면 편성물의 염색성, pH, FT-IR, 항균성, 염색견뢰도
Ali et al., (2016)	금잔화 꽃 추출물을 이용. 면직물의 염색성, 중심합성 설계실험법을 적용하여 천연염료의 추출 및 염색 조건을 최적화함. pH의 영향, 염색견뢰도를 중심으로 연구함.
Kumaresan, M. (2018)	Thespesia populnea의 꽃 추출물을 이용함. 견직물의 염색성, 매염제, 동시매염, 염색견뢰도를 고찰하였음.
Jihad, R. (2014)	유칼립투스 잎과 꽃 추출물을 사용함. 견직물의 염색성, 매염제, 염색견뢰도를 고찰함.

Table 1-3. Previous works of natural dyeing with botanical root

Authors and year	Main contents
Tayade, P. B., & Adivarekar, R. V. (2013)	Cuminum cyminum L의 추출물을 이용함. 견직물의 염색성, 매염제, 염색견뢰도
Haji, A. (2019)	Madder 뿌리와 Weld 꽃 추출물을 이용. 면직물의 염색성, 매염제, 플라즈마 처리, FT-IR, 염색견뢰도를 고찰함.
Dhandapani, R., & Sarkar, A. K. (2007)	Shikonin(지치뿌리)을 이용. 견직물의 염색성, 항균성, 자외선차단성을 고찰함.
Ghoreishian, et al., (2013)	강황 추출물을 이용하여 견직물의 염색성, FT-IR, 항균성, 매염제의 영향, 염색견뢰도를 고찰함.
Mozumder, S., & Majumder, S. (2016)	강황색(Curcuma longa) 염료, 면과 견직물의 염색성, 매염제, 염색견뢰도
Gupta et al., (2001)	인도 madder(꼭두서니)에서 추출한 히드록시안트라퀴논을 이용. 나일론과 폴리에스터 직물의 염색성을 고찰함. 염액의 UV/vis spectrum, pH의 영향을 다룸.
Kamel et al. (2015)	Madder, Logwood, Cutch and Chelidonium 식물의 추출물을 염재로 이용함. 면직물의 염색성, 항균성, 세탁 횟수에 따른 처리 특성, 염색견뢰도를 고찰함.
Sriumaoum et al (2012)	Turmeric & Cassumunar의 뿌리줄기 분말, PLA 및 PET 편성물 염색성, 항균성, 염색 직물의 UV/vis spectrum, 염색견뢰도

Table 1-4. Previous works of natural dyeing with botanical leaf (continued on next page)

Authors and year	Main contents
Jeyaraj, et al. (2015)	Indigo, kum kum & barberry tree 추출물을 염료로 사용함. 견과 폴리에스터 및 리오셀 혼방 직물의 염색성, 항균성, 흡수성, 수분 보유력, 투습성, 통기성, 염색견뢰도
Jabar, et al. (2020)	Bridelia ferrugine B. tree 잎 추출물을 염재로 사용. 셀룰로오스(면)직물의 염색성, FT-IR, UV/vis spectrum, 매염제, 염색견뢰도를 고찰함.
Jihad, R. (2014)	유칼립투스 잎과 꽃 추출물을 사용함. 견직물의 염색성, 매염제, 염색견뢰도를 고찰함.
Bhuiyan, et al. (2018)	Henna lawsonia inermis L.(헤나)의 잎 추출물을 이용. 폴리에스터 직물의 염색성을 FT-IR, SEM-염색 표면관찰, 염색견뢰도를 중심으로 고찰함.
Baig, G. A. (2010)	인디고 염료를 활용함. 나일론직물의 염색성과 pH의 영향을 고찰함.
Yoo, D., & Shin, Y. (2020)	쪽염색 & 감(Diospyros kaki L)의 껍질 추출물, 모시 직물의 염색성, UV/vis spectrum, DPPH 라디칼 소거 활성, 항균성,

Table 1-4. (continued from previous page)

Authors and year	Main contents
Yoo, W., & Ahn, C. (2019)	Indigo leaf의 추출물, 견직물의 염색성, HPLC-DAD측정, UV/vis spectrum, pH
Singh, R., & Srivastava, S. (2017)	천연염색, 매염제, 식물에서 얻은 천연염료 특성, 귀중한 잎 자원에 대한 데이터의 문서화 및 분석
Sangeetha, et al. (2015)	Lemon 잎 추출물, 견직물의 염색성, 매염제, 염색견뢰도
Yusuf, et al. (2012)	Henna(Lawsonia inermis)의 잎 추출물, 방모사 직물의 염색성, pH, 항균성, 세탁 횟수 항균성, 염색견뢰도
Vuthiganond, et al. (2020)	우롱 차 잎과 망그로브 나무 껍질 추출물, 견직물의 염색성, 폴리페놀, 매염제, 자외선차단성, 염색견뢰도
Vadwala, Y., & Kola, N. (2017)	Terminalia catapa & almond tree 쓰레기 잎 추출물, 나일론 직물의 염색성, FT-IR, UV/vis spectrum, pH, 매염제, 염색견뢰도
Vastrad, J. V., & Byadgi, S. A. (2018)	3가지(Eucalyptus globulus, Tinospora cordifolia(구두치), Tridax procumbens(털꽃아재비))잎의 추출물 면직물의 염색성, 총 페놀 함량, UV/vis spectrum, 항균성
Musinguzi, et al. (2019)	Jimsonweed(흰독말풀) 잎 추출물, 면과 견직물의 염색성, 항균성, 후매염제, 미생물, 염색견뢰도
Pal, et al. (2016)	Melia composita(멀구슬나무)의 잎 추출물, 면과 견 및 양모 염색성, 항균성
Repon, et al. (2016)	바나나 파초초 폐기물 이용, 면 편성물의 염색성, 염색견뢰도
Shahid, et al. (2017)	Honeysuckle(인동덩굴) 잎 추출물, 견직물의 염색성, 중앙합성설계(CCD)의 최적화, 항균성, pH, UV/vis spectrum, FT-IR, 염색견뢰도
Singh, et al. (2005)	양모직물의 염색성, 4가지 천연염료 Acacia catechu, Kerria lacca, Quercus infectoria, Rubia cordifolia 및 Rumex maritimus, 일반적인 병원균 Escherichia coli, Bacillus subtilis, Klebsiella pneumoniae, Proteus vulgaris 및 Pseudomonas aeruginosa에 항균성

Table 1-4. (continued from previous page)

Musinguzi, et al. (2019)	Jimsonweed(흰독말풀) 잎 추출물, 면과 견직물의 염색성, 항균성, 후매염제, 미생물, 염색견뢰도
Pal, et al. (2016)	Melia composita(멸구슬나무)의 잎 추출물, 면과 견 및 양모 염색성, 항균성
Repon, et al. (2016)	바나나 파초초 폐기물 이용, 면 편성물의 염색성, 염색견뢰도
Shahid, et al. (2017)	Honeysuckle(인동덩굴) 잎 추출물, 견직물의 염색성, 중앙합성설계(CCD)의 최적화, 항균성, pH, UV/vis spectrum, FT-IR, 염색견뢰도
Singh, et al. (2005)	양모직물의 염색성, 4가지 천연염료 Acacia catechu, Kerria lacca, Quercus infectoria, Rubia cordifolia 및 Rumex maritimus, 일반적인 병원균 Escherichia coli, Bacillus subtilis, Klebsiella pneumoniae, Proteus vulgaris 및 Pseudomonas aeruginosa에 항균성



### 1.3. 연구 목표

본 연구의 구체적인 목표는 다음과 같다.

- 첫째, 비타민나무 잎 열수추출물의 성분 특성과 피부건강기능성을 고찰하여 피부건강기능성 의류소재에 적용할 수 있는 기초적인 특성을 규명한다.
- 둘째, 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물에 대한 비타민나무 잎 열수추출물의 염색성을 온도와 시간, 농도, pH의 영향을 중심으로 분석하여 최적염색조건을 규명하고, 색채 특성에 따른 염색견뢰도를 고찰한다.
- 셋째, 최적조건으로 염색한 면 편성물과 나일론 편성물의 향미생물성 및 자외선 차단성을 고찰함으로써, 비타민나무 잎 열수추출물 염색을 이용한 피부건강기능성 의류소재를 제안한다.

## 2. 재료 및 연구방법

### 2.1. 재료

#### 2.1.1. 직물

본 실험에 사용한 시료는 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물의 2종 직물로서, 그 특성은 <Table 1-5>과 같다.

Table 1-5. Characteristics of specimens

Specimens	Fabric	Weave	Weight (g/m <sup>2</sup> )	Thickness (mm)	Fabric count (warp×weft/in <sup>2</sup> )
C	Cotton	Single jersey	165.60	0.53	75×100
N	Nylon/PU 88/12	Tricot	179.60	0.52	67×98

#### 2.1.2. 비타민나무잎

본 실험에는 비타민나무(Sea Buckthorn)의 잎을 사용하였으며, 몽골 중앙도 서부 지역에서 자라는 비타민나무에서 2018년 8월에 채집하여 건조한 잎을 구입하여 사용하였다.



Fig. 1-3. Photo of dried Sea Buckthorn leaves

### 2.1.3. 시약

비타민나무잎 열수추출물을 활용하여 염색 시 pH 조정제로는 수산화나트륨 (NaOH; DUKSAN PURE CHEMICALS CO.,Ltd, Korea)과 구연산( $C_6H_8O_7$ ; DUKSAN PURE CHEMICALS CO.,Ltd, Korea)을 사용하였다.

## 2.2. 실험방법

### 2.2.1. 열수추출물 제조

비타민나무잎 열수추출물을 제조하기 위하여 건조 분쇄한 비타민나무잎에 무게 대비 20배 부피의 증류수를 첨가한 후 초고속 진공 저온 추출기(COSMOS-660, KYUNGSED E&P, Korea)의 무압력 추출기능을 이용하여 100°C에서 3시간 열수 추출하고 같은 방법으로 2, 3차 반복 추출하였다. 1차, 2차, 3차 추출액을 모두 혼합한 후 표준망제 체거름용 여과지를(Standard testing sieve 75 $\mu$ m) 이용하여 여과하고, 초고속 진공 저온 추출기(COSMOS-660, KYUNGSED E&P, Korea)의 농축기능을 사용하여 80°C에서 초기 양의 1/3로 농축될 때까지 농축하였다. 농축액은 동결건조기(SFDM 45L, 삼원냉열엔지니어링)로 -40°C에서 3일간 동결 건조하여 분말화하고 이를 염료로 사용하였다.



Fig. 1-4. Photo of Sea Buckthorn leaves hot water extract powder

## 2.2.2. 열수추출물의 특성분석

### 1) 자외선·가시광선 흡수 스펙트럼 측정

비타민나무잎 열수추출물 분말염료 용액의 최대흡수파장을 알아보기 위해 자외선·가시광선 분광광도계(UV/Vis spectrophotometer, Lambda25, PerkinElmer, LabX)를 이용하여 직사각형태 infrasil 석영의 경로 길이가 10mm인 3.5mL, 2/pk 매크로 셀을 사용하여 염료 용액의 흡광도를 200~800nm의 파장범위에서 측정하였다.

### 2) 적외선분광기 스펙트럼 (FT-IR) 측정

비타민나무잎 열수추출물의 성분을 확인하기 위하여 푸리에 변환 적외선 분광기 (FT-IR 4600, JASCO, Japan)를 이용하여 KBr 법에 의해 FT-IR 변환 스펙트럼을 구하고 600~4000 $\text{cm}^{-1}$ 의 범위에서 피크를 측정하였다.

## 2.2.3. 열수추출물의 피부건강기능성 평가

### 1) 피부 독성

비타민나무잎 열수추출물의 피부 독성 평가는 MTT((3-(4,5-dimethylthiazole-2-y)-2,5-diphenyl-tetrazolium bromide) 방법으로 경희대학교 글로벌의약품소재개발 연구센터에서 진행하였다. 인체 피부각질형성세포 HaCaT(human keratinocyte cell)를 10% FBS가 포함된 DMEM 배지에 1% penicillin-streptomycin을 첨가하여 37°C, 5% CO<sub>2</sub>의 조건에서 배양하였다. 배양된 HaCaT 세포를 1×10<sup>4</sup> cell/well이 되도록 96well plate에 분주하고 24시간 배양 후에 비타민나무잎 열수추출물을 농도별로 처리하고 24시간 배양하였다. 그 후 배지를 제거하고 시료를 PBS(Phosphate buffer saline)로 세척한 뒤 각 well에 MTT 용액 (5mg/mL)을 첨가하고 25분 동안 반응시켰다. 그 후 배양액을 제거

하고 생성된 formazan 결정을 DMSO에 용해시켜 ELISA reader를 이용하여 570nm에서 흡광도를 측정하였다.

## 2) DPPH radical 소거 활성

비타민나무잎 열수추출물의 항산화성은 DPPH radical 소거 활성을 이용하여 평가하였다. DPPH법은 천연물의 수용성 혹은 유기용매 추출물의 항산화 활성 측정 방법으로 널리 사용하는 방법이다. DPPH는 radical 상태에서 보라색을 띄고, 환원이 되면 노란색의 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazine (DPPH-H)으로 변환된다. 즉 안정한 라디칼인 DPPH는 산화방지물질로부터 전자 혹은 수소를 제공받으며 non-radical로 전환된다. 메탄올에 용해시킨 0.2mM DPPH 용액(DPPH 1M=394.3g/1L)을 제조하여 1:1(v/v) 비율로 비타민나무잎 열수추출물을 농도별로 96well plate에 넣고 3분간 vortexing 하여 암실에서 30분 동안 반응시켰다. 남아 있는 라디칼의 농도를 UV/Vis Spectrophotometer(SCINCO, Seoul, Korea)를 이용하여 530nm에서 측정하였으며, 양성 대조군으로는 ascorbic acid(Sigma, USA)를 사용하였다.

$$\text{DPPH scavenging activity (\%)} = \frac{C-S}{C} \times 100 \quad \text{Eq. (1)}$$

C: Absorbance of control

S: Absorbance of sample

## 3) 총 폴리페놀 함량

비타민나무잎 열수추출물의 총 폴리페놀 화합물 함량은 건강기능식품공전(KFDA 2014)에 등재되어있는 Folin-Denis법으로 측정하였다. 표준용액으로 탄닌산 10mg을 취한 후에 증류수를 적정한 농도로 희석하여 30분 동안 초음파 추출하였다. 이 용액을 증류수로 50mL 정용한 후 적절히 희석하여 시험용액으로 사용하였다. 증류수 75mL에 시료 1mL을 넣은 다음 Folin-denis reagent 0.5mL, 35%

Sodium carbonate 1mL을 순서대로 가하여 혼합한 후 암소에서 30분간 방치 후 UV/Vis Spectrophotometer(X-ma 2000, Human Corporation, Seoul, Korea)를 이용하여 760nm에서 흡광도를 측정하였다. 표준물질은 Tannic acid를 이용하여 mg TAE(Tannic acid equivalents)로 나타내었다.

#### 4) 항미생물성

비타민나무잎 열수추출물의 항미생물성은 KS K 0693:2016 (Korean Agency for Technology and Standards[KATS])의 섬유 원단 시험법을 응용하여 정량적 균감소율(reduction rates in no. of colonies)을 구하였다. 시험균종으로는 그람 음성지정균인 황색포도상구균(*Staphylococcus aureus* ATCC 6538)과 폐렴간균(*Klebsiella pneumoniae* ATCC 4352)을 사용하였다. 실험 원단의 무게와 동일한 양의 비타민나무잎 열수추출물을 증류수에 녹인 후 실험 원단을 습윤시켰으며, 대조편과 시험편에 각각 시험균을 배양하여 18시간 뒤 각각의 생균수를 측정하여 아래의 공식(4)에 따라 정량적 정균감소율을 계산하였다.

$$\text{Antibacterial rate (\%)} = \frac{M_b - M_c}{M_c} \times 100 \quad \text{Eq. (4)}$$

$M_b$ : The number of bacteria recovered from the inoculated control specimen incubated for 18hours

$M_c$ : The number of bacteria recovered from the inoculated treated test specimen incubated for 18hours

## 2.2.4. 직물 염색

### 1) 염색 조건

염색은 IR 자동염색기(Perfect 24, KOREA SCIENCE Co., Korea)를 이용하여 욕비는 1:100의 조건에서 실시하였는데, 염색온도(40, 50, 60, 70, 80°C), 염액농도(10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100% owf), 염색시간(30, 40, 50, 60분)을 달리하여 실시하였다. 염액의 pH가 염착성에 미치는 영향을 알아보기 위하여 pH 측정기(Starter 3100 pH Bench, Ohaus, USA)를 이용하여 염액의 pH를 2-11로 설정하였다.

### 2) 염착량 및 색채특성

염색한 면 편성물 및 나일론/PU 혼방 편성물 시료들의 염착량으로 표면 색강도 K/S값을 고찰하였으며, 이는 색차계(Minolta CM-2500d, Japan)를 사용하여 최대 흡수 파장( $\lambda_{max}$ )인 360nm에서의 표면반사율을 측정하고, 아래의 Kubelka-Munk식에 의하여 산출하였다.

$$K/S = (1 - R_{\lambda_{max}})^2 / 2R_{\lambda_{max}} \quad \text{Eq. (2)}$$

K: coefficient of absorption

S: coefficient of scattering

R: reflected light at wavelength

염색 시료의 표면 색채에 대한 물리적 특성으로서 색차계(Minolta CM-2500d, Japan)를 이용하여 D<sub>65</sub>광원과 시야각 10° 조건에서 CIELAB 표색계에 의한 L\*, a\*, b\*, C\* 값을 측정하였다. 이를 Munsell conversion(version 19.0)에 의해 먼셀 색체계의 3속성치 H(Hue) V(Value)/C(Chroma) 값으로 변환하였다. 색차(이하 ΔE라 칭함)는 염색처리를 하지 않은 백색 시료를 기준으로 하여 아래의 식으로 산

출하였다. 또한 직물 표면 색채의 색조(tone)는 PCCS(practical color coordinate system)의 유채색 12 색조로 판명하였다.

$$\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2} \quad \text{Eq. (3)}$$

### 3) 염색 견뢰도

비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물 및 나일론/PU 혼방 편성물의 염색 견뢰도는 일광 견뢰도(KS K ISO 105-B02:2014 Xenon arc (6.5kw 수냉식, 방법3: 표준청색염포에 의함))와 드라이클리닝 세탁견뢰도(KS K ISO 105-E04: 2013 (37±2)°C 4시간), 손세탁 견뢰도(TWC TM 250: 2009 ((40±2)°C 30분 ECE A 세제)), 마찰 견뢰도(KS K 0650-1: 2017, 크로크미터법), 땀 견뢰도(KS K ISO 105 E04: 2013 (37±2)°C 4시간)에 따라 평가하였다.

#### 2.2.5. 염색직물의 피부건강기능성 평가

##### 1) 향미생물성

비타민나무잎 열수추출물로 염색한 직물의 향미생물성을 평가하기 위해 KS K 0693:2016에 의하여 정량적 균감소율(reduction rates in no. of colonies)을 구하였다. 시험균종으로는 그람음성지정균인 황색포도상구균(*Staphylococcus aureus* ATCC 6538)과 폐렴간균(*Klebsiella pneumoniae* ATCC 4352)을 사용하였다. 대조편 시험편에 배양하여 18시간 뒤 각각의 생균수를 측정하여 아래의 공식(4)에 따라 정량적 정균감소율을 계산하였다.



$$\text{Antibacterial rate (\%)} = \frac{M_b - M_c}{M_c} \times 100 \quad \text{Eq. (4)}$$

$M_b$ : The number of bacteria recovered from the inoculated control specimen incubated for 18hours

$M_c$ : The number of bacteria recovered from the inoculated treated test specimen incubated for 18hours

## 2) 자외선차단성

비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물 및 나일론/PU 혼방 편성물의 자외선차단성 평가는 UV Transmittance Analyzer(Labsphere Co., USA)를 사용하여 KS K 0850:2019 준용에 따라 평가하였다. Xenon Arc광원으로 자외선차단 지수 등급 기준: AS/NZS 4399:2017에 따라 자외선차단율(%)과 자외선차단등급을 측정하였다.

$$\begin{aligned} \text{UV transmittance(\%)} &= (T/B) \times 100 \\ \text{UV protection(\%)} &= 100 - \text{UV transmittance(\%)} \end{aligned} \quad \text{Eq. (5)}$$

$T$ : UV transmitted through the fabric sample

$B$ : UV transmitted without the fabric

### 3. 연구결과 및 고찰

#### 3.1. 비타민나무잎 열수추출물의 특성과 피부건강기능성

##### 3.1.1. 성분특성

###### 1) 자외선·가시광선 흡수 스펙트럼 특성

비타민나무잎 열수추출물의 흡광도를 알아보기 위하여 증류수를 대조구로 하여 0.001%(w/w) 염료 용액의 최대흡수파장을 200~800nm 파장대 영역에서 측정한 결과는 <Fig. 1-5>과 같다. 자외선 가시광선 영역 중 246nm와 353nm에서 각각 최대 흡광 피크가 나타났다. 일반적으로 꽃, 잎이나 열매에 들어 있으며 garbanzol, sulfuretin 등 플라보노이드에 속하는 색소인 플라본과 플라보놀류가 240~400nm에서 최대흡수파장을 보인다고 보고되므로(Cho, 2004), 비타민나무잎 열수추출물의 주요 성분으로 플라보노이드 화합물이 포함되는 것을 알 수 있다.

###### 2) 적외선 흡수 스펙트럼 (FT-IR) 특성

비타민나무잎 열수추출물의 FT-IR 스펙트럼 분석결과는 <Fig. 1-6>에 제시하였다. 구체적으로 살펴보면 비타민나무잎 열수추출물은  $3246.48\text{cm}^{-1}$ ,  $2916.56\text{cm}^{-1}$ ,  $1602.47\text{cm}^{-1}$ ,  $1493.12\text{cm}^{-1}$ ,  $1444.61\text{cm}^{-1}$ ,  $1326.55\text{cm}^{-1}$ ,  $1186.35\text{cm}^{-1}$ ,  $1047.36\text{cm}^{-1}$ ,  $916.331\text{cm}^{-1}$ ,  $827.025\text{cm}^{-1}$ ,  $756.693\text{cm}^{-1}$ 에서 각각 피크가 나타났다. 파장 흡수  $3246.48\text{cm}^{-1}$ 의 피크는 페놀성 하이드록시기(-OH)의 존재를 나타내며, OH 사이의 다양한 수소결합 때문에 나타나는 것이다. 강한 파장 흡수  $2916.56\text{cm}^{-1}$ 에서 유기물에 일반적으로 포함된 C-H 그룹의 지방족 피크가 있음을 보여주었다. 그리고 약한 파장 흡수  $1602.47\text{cm}^{-1}$ 의 다중대역에서 카르복실기(-C=O)의 존재를 의미한다. 파장 흡수  $1493.12\text{cm}^{-1}$ 와  $1444.61\text{cm}^{-1}$ 은 방향족 그룹의 C=C의 존재를 나타내며, 흡수 대역  $1326.55 \sim 1047.36\text{cm}^{-1}$ 은 C-O 그룹의 존재로 해석되었다. 또한 파장 흡수  $916.331 \sim 633.929\text{cm}^{-1}$ 인 영역대는 =CH- 기를 나타내었다. 따라서 추출물에 플

라보노이드 화합물인 케르세틴 및 관련 화합물이 존재하고 있으며, 추출물의 노란색은 플라본 및 이소플라본의 하이드록시 및 메톡시 유도체에 인한다고 판단된다.

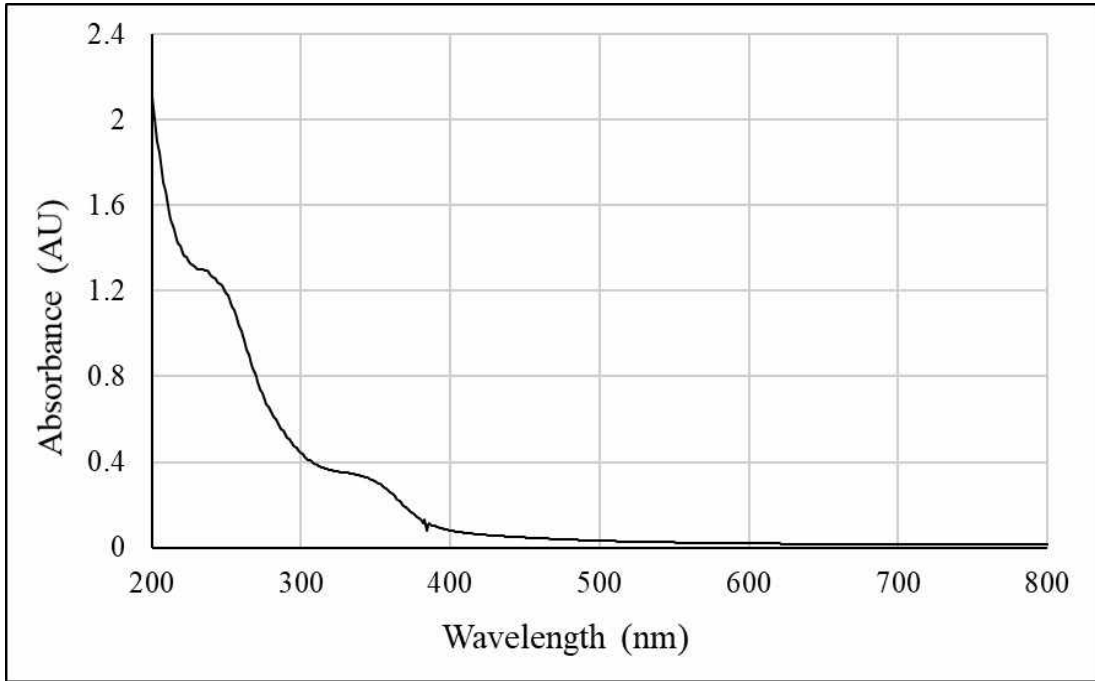


Fig. 1-5. UV/Vis spectrum of hot water extract of Sea Buckthorn leaves (0.001%w/w)

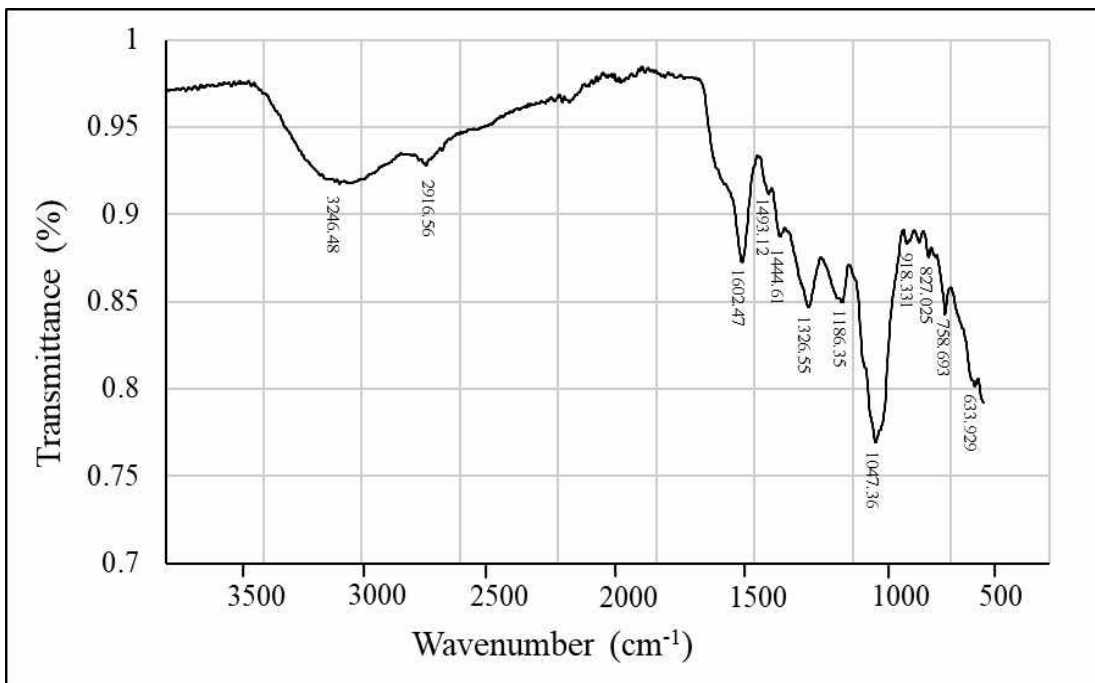


Fig. 1-6. FT-IR spectrum of hot water extract of Sea Buckthorn leaves

### 3.1.2. 피부건강기능성

#### 1) 피부 독성

비타민나무잎 열수추출물의 피부 독성 분석은 인체 각질형성 세포주 HaCaT keratinocyte를 이용하여 MTT assay 방법으로 비타민나무잎 열수추출물 처리에 따른 DMSO cell의 세포 생존율을 측정하였다. 본 연구의 결과는 <Fig. 1-7>에 제시하였는데, 대조구와 비교하여 20 $\mu$ g/mL의 농도까지 세포활성이 거의 유사하게 나타나서 독성이 크지 않은 것으로 나타났다. 열수추출물 200 $\mu$ g/mL의 농도에 이르러 세포 활성이 감소하는 것을 알 수 있었다. 따라서 비타민나무잎 열수추출물은 대체로 20 $\mu$ g/mL의 농도까지 피부 독성 면에서 안전하다고 할 수 있었다.

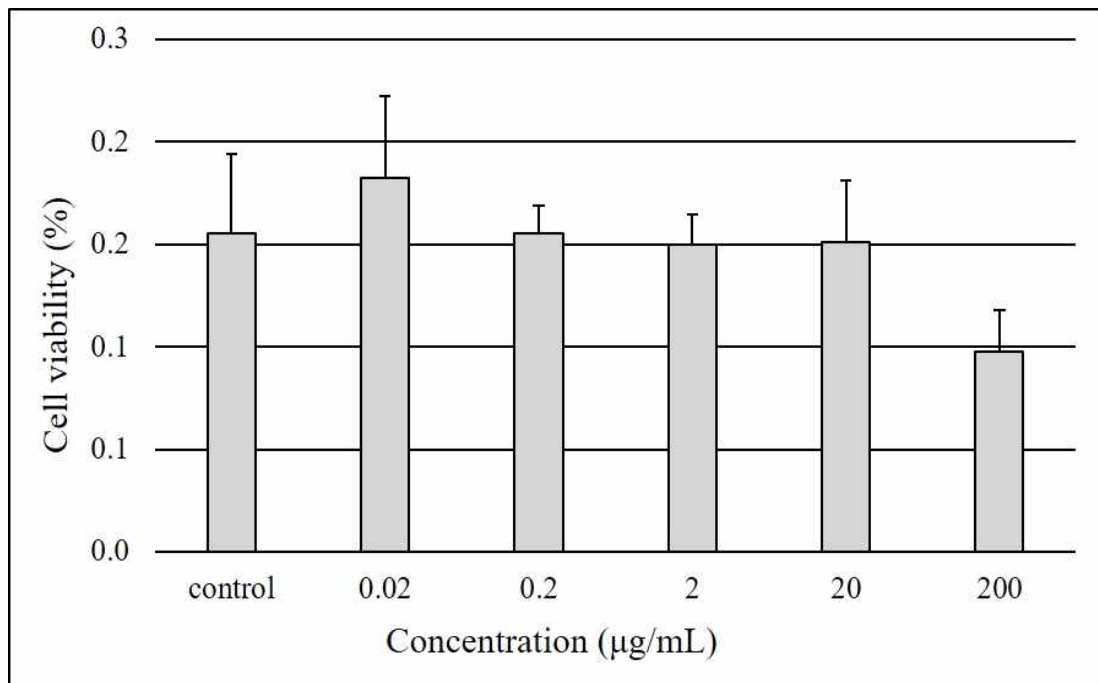


Fig. 1-7. Effect of hot water extract of Sea Buckthorn leaves on cell viability of DMSO cell

## 2) DPPH radical 소거 활성

비타민나무잎 열수추출의 항산화성을 평가한 DPPH법은 DPPH가 530nm에서 특이적인 흡수 band를 갖는 비교적 안정한 free radical이라는 특성을 이용한다. 보라색의 DPPH가 항산화능을 가진 물질로부터 전자나 hydrogen radical을 받으면 환원되어 노란색으로 탈색되고, 그 감소를 흡광도로 측정한다. 비타민나무잎 열수추출물을 농도 별(0.2mM 1:1)로 DPPH 용액에 첨가하여 free radical 소거 활성능력을 측정하였다. 그 결과로서 <Fig. 1-8>에 제시한 바와 같이 비타민나무잎 열수추출물의 DPPH 소거능은 농도에 따라 28% ~ 39%의 값을 나타내었다. 농도 별로 DPPH소거성능을 살펴보면 비타민나무잎 열수추출물은 0.5 $\mu$ g/mL의 농도에 이르기까지는 소거율에 뚜렷한 변화를 보이지 않아서 항산화성이 우수하다고 보기 어려웠다. 단 추출물의 농도가 5 $\mu$ g/mL와 50 $\mu$ g/mL의 경우에 DPPH 소거성능이 뚜렷이 향상되는 경향을 보였다.

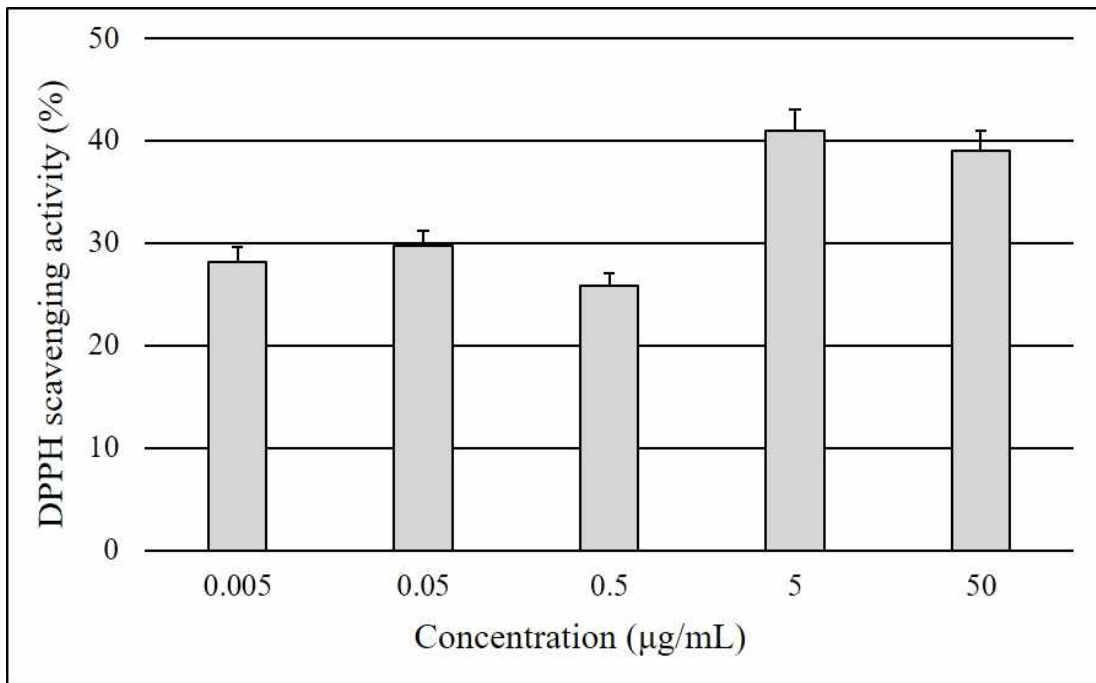


Fig. 1-8. DPPH radical scavenging activity of hot water extract of Sea Buckthorn leaves depending on concentrations





### 3) 총 폴리페놀 함량

생리활성을 가지는 각종 phytochemical은 식물에 다양하게 함유되어 있으며, 이 중 식물에 널리 분포되어 있는 폴리페놀에 대하여 비타민나무잎 열수추출물의 총 폴리페놀 함량을 측정하였다. 그 결과 비타민나무잎 열수추출물의 분말염료의 총 폴리페놀 함량은 29.08mg/g으로 나타났다. 이는 선행연구(An, 2016)에서 보고한 녹차 초임계추출물의 총 폴리페놀 함량 2.47mg/g보다는 훨씬 높으며, 또 다른 선행연구(Jeong et al., 2009)에서 보고된 비파나무엽 열수 추출물의 폴리페놀 함량 28.91 mg/g과 유사한 함량이다. 따라서 비타민나무잎 열수추출물에 함유되어 있는 폴리페놀 함량은 선행연구들에서 보고된 생리활성을 가진 식물 추출물의 폴리페놀함량과 유사한 수준이며, 이는 항산화성을 비롯한 피부건강기능성에 기여할 수 있다고 사료되었다.

### 4) 항미생물성

비타민나무잎 열수추출물의 항미생물성 결과는 <Table 1-6>에 제시하였다. 대조군과 비교하여, 균의 성장이 억제되어 균이 거의 발견되지 않음을 알 수 있다. 실제로 계산한 균 감소율에서도 황색포도상구균과 폐렴간균에 대하여 각각 99.9% 이상의 탁월한 균 감소율을 나타내었다. 이러한 결과를 바탕으로 비타민나무잎 열수추출물을 섬유소재에 염색할 경우에 추출물 자체의 우수한 항미생물성을 섬유소재에 적용할 수 있음을 기대할 수 있었다. 따라서 비타민나무잎 열수추출물로 염색한 직물의 항미생물성을 추가 고찰함으로써, 비타민나무잎 열수추출물로 염색한 직물의 피부건강성을 구체적으로 규명하여 할 필요가 있을 것으로 사료되었다.

Table 1-6. Antimicrobial activity of hot water extract of Sea Buckhorn leaves

Specimen	Bacterial reduction rate (%)			
	<i>Staphylococcus aureus</i>		<i>Klebsiella pneumoniae</i>	
Control	-		-	
HWESBL	99.9		99.9	

HWESBL: Hot wat extract of Sea Buckthorn

## 3.2. 비타민나무잎 열수추출물에 대한 직물의 염색성과 색채특성

### 3.2.1. 염착성과 색채특성

#### 1) 온도와 시간에 따른 염착성

비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물의 염착성 거동을 염색 농도, 온도, 시간에 따라 고찰하였다. 최대흡수파장인 360nm에서의 K/S 값을 기준으로 염색 농도 10%~100%(owf)에 따라 염색시간 60분에서 염색온도를 50°C~80°C로 조절하면서 염착성 K/S 값의 추이를 살펴보았다(<Fig. 1-9>). 비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물은 모든 염색 온도 조건에서 염색농도가 높아질수록 염착량은 증가하는 추세였으며, 이러한 증가 추세는 염색 농도 100%(owf)까지 유지되어서 Freundlich의 등온흡착곡선에 해당함을 알 수 있었다(Trotman, 1975). 전반적으로 염색 온도 50°C, 70°C, 80°C에서보다 60°C의 조건에서 염착량이 더 높게 증가하는 경향을 보였으며, 이는 50%(owf) 이상의 염색 농도 영역에서 더 뚜렷한 경향을 나타내었다. 반면에 70°C와 80°C에서는 염색 농도에 따른 염착량의 증가가 50°C와 60°C에 비하여 크지 않았다. 농도에 따른 염착량 증가가 뚜렷이 나타난 염색 온도 50°C에서는 80, 90, 100%(owf) 염색농도 범위에서는 염착량 K/S 값이 뚜렷하게 높아지기 시작하였으며, 염색 온도 60°C에서는 이보다 낮은 농도인 50%과 60%(owf) 염색 농도에서부터 염착량의 증가가 더욱 높아지는 경향이였다. 대체로 면 편성물의 경우에 염색온도와 염착량 K/S 값 사이에 반드시 비례 관계가 성립하지는 않는 것으로 나타났다. 일반적으로 염색의 온도가 상승하면 분자 간격이 넓어져 색소의 분자운동이 활발해지므로 염착량이 증가하지만, 면 편성물에 대한 비타민나무잎 열수추출물의 염착성은 온도에 의한 영향보다는 염료와 섬유표면과의 전기적인 상호작용의 영향을 많이 받는 것으로 생각된다(Goo et al., 2016). 모든 염색 농도에서 60°C의 염착량 K/S 값은 다른 염색 온도 조건에서보다 더 높아서 비타민나무잎 열수추출물이 면 편성물에 대해서 최대 염착량을 나타내는 염색 온도는 60°C라고 사료되었다.



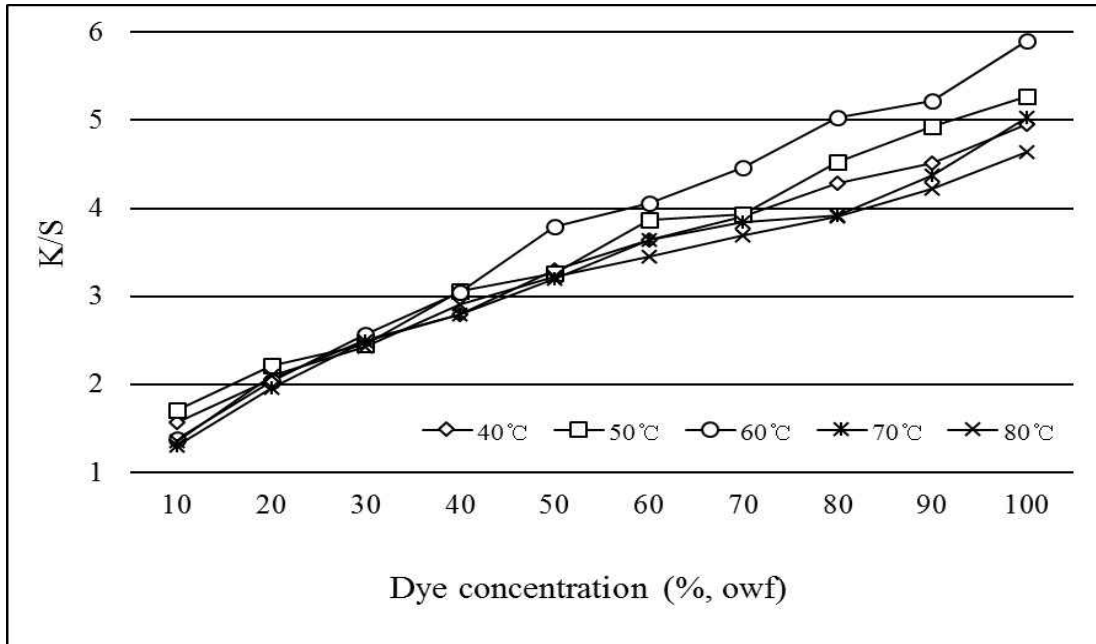


Fig. 1-9. Effect of temperature on dye uptake (K/S) of cotton knit depending on dye concentrations (60min)

비타민나무잎 열수추출물에 대한 면 편성물의 염착량 K/S 값에 대하여 염색 온도와 염색시간의 영향을 구체적으로 파악하기 위하여, 대표적인 염액농도인 50%, 80%, 100%(owf) 별로 40분, 50분, 60분의 염색 시간과 50°C, 60°C, 70°C, 80°C의 염색 온도에 따라 염착량 K/S의 거동을 고찰하였다. <Fig. 1-10>은 염액농도 50%(owf)에서 염색 시간과 염색 온도가 염착량 K/S 값에 미치는 영향을 고찰한 결과이다. 염색 시간 40분과 50분의 조건은 대부분의 염색 온도에서 염착량 K/S 값에 서로 뚜렷한 차이를 보이지 않았다. 그러나 60분 염색시에는 모든 염색 온도 조건에서 40분과 50분에서보다 다소 높은 K/S 값이 나타났으며, 이는 60°C에서 그 차이가 가장 크게 나타났다. 즉 60°C의 60분 조건에서 염착량 K/S 값이 급격히 증가하여 다른 염색 온도와 염색 시간에서보다 두드러지게 높은 3.795의 K/S 값을 나타내었다. <Fig. 1-11>는 염액 농도 80%(owf)로 염색한 면 편성물의 결과이다. 전반적으로 염착량 K/S 값은 염액 농도 50%(owf)의 조건에서보다 높은 경향을 보였는데, 50%(owf) 염액 농도에서와 마찬가지로 60°C의 60분에서 가장 높은 염착량 K/S 값 5.026을 나타내었다. 또한 전반적으로 70°C, 80°C의 염색 온도 조건에서는 이보다 낮은 염색 온도에서보다 모든

염색 시간 조건의 K/S 값이 더 낮아지는 경향을 보였다. 한편 염액농도 100% (owf)의 조건으로 염색시간과 염액 온도가 염착량 K/S에 미치는 영향을 살펴본 결과는 <Fig. 1-12>과 같다. 염착량 K/S 값은 염액 농도 50%, 80% (owf)에서보다 더 높은 경향을 나타내었으며, 염액 온도 60°C, 염색 시간 60분의 조건에서 5.906의 가장 높은 K/S 값을 보였다. 전반적으로 염액 온도 50°C, 60°C, 70°C에서 모두 60분 염색시의 염착량 K/S 값이 가장 높았는데, 80°C에서는 급격히 감소하여 모든 염색 시간 조건의 K/S 값이 서로 유사하였다. 따라서 본 실험에서는 면직물에 대한 비타민나무잎 열수추출물의 최적염색조건은 염액 온도 60°C, 염색 시간 60분으로 사료되었다.

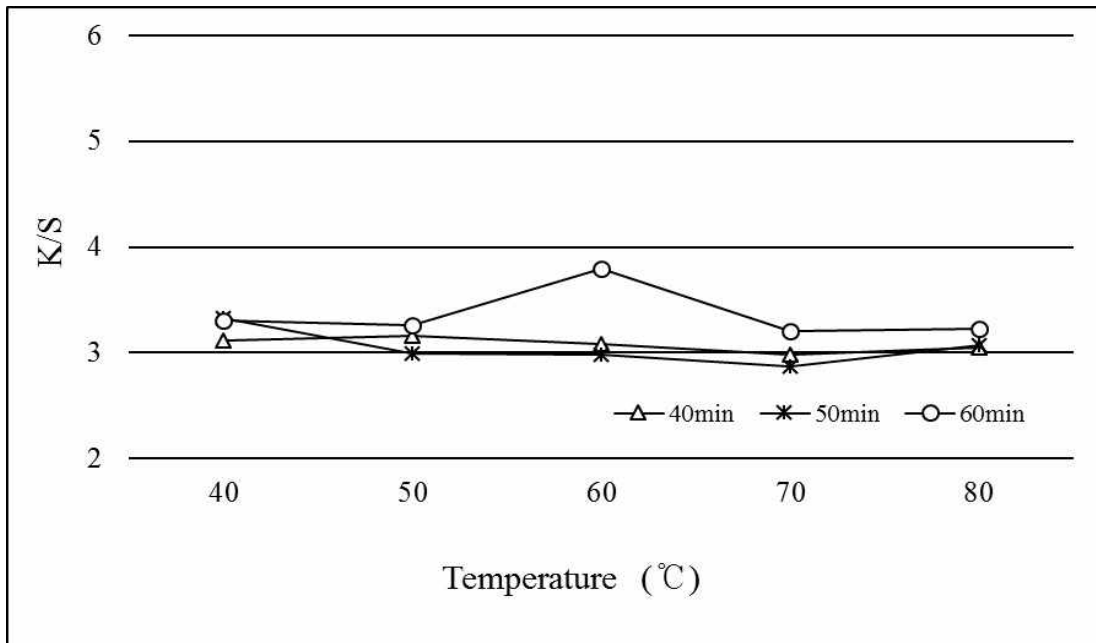


Fig. 1-10. Effect of dyeing time and temperature on dye uptake (K/S) under 50% (owf) of dye concentration

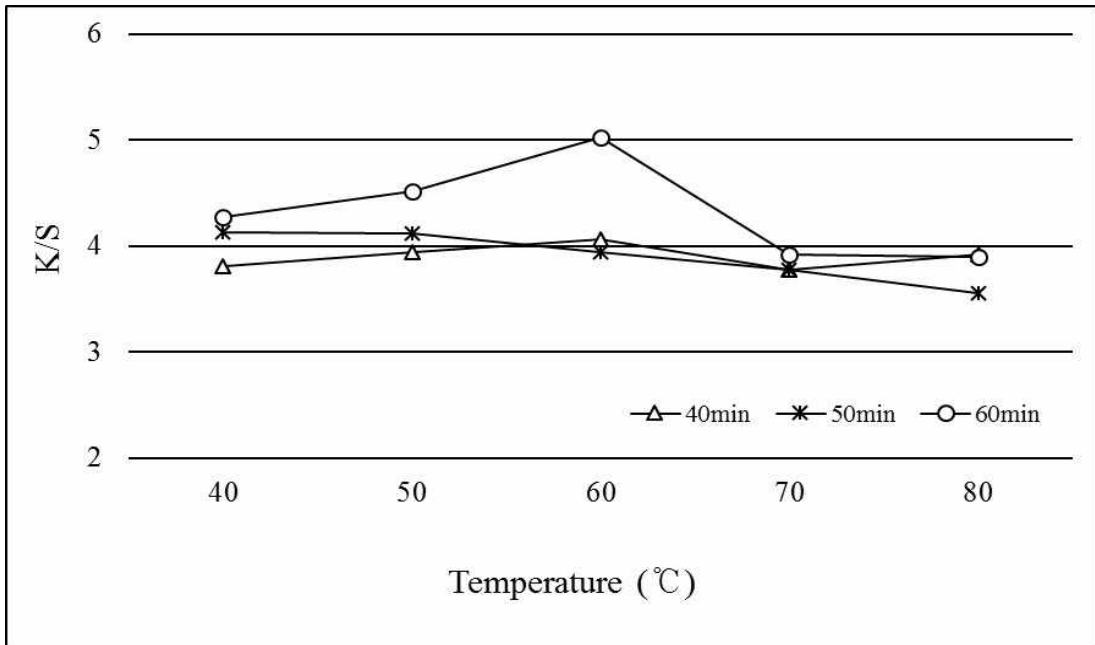


Fig. 1-11. Effect of dyeing time and temperature on dye uptake (K/S) under 80% of dye concentration

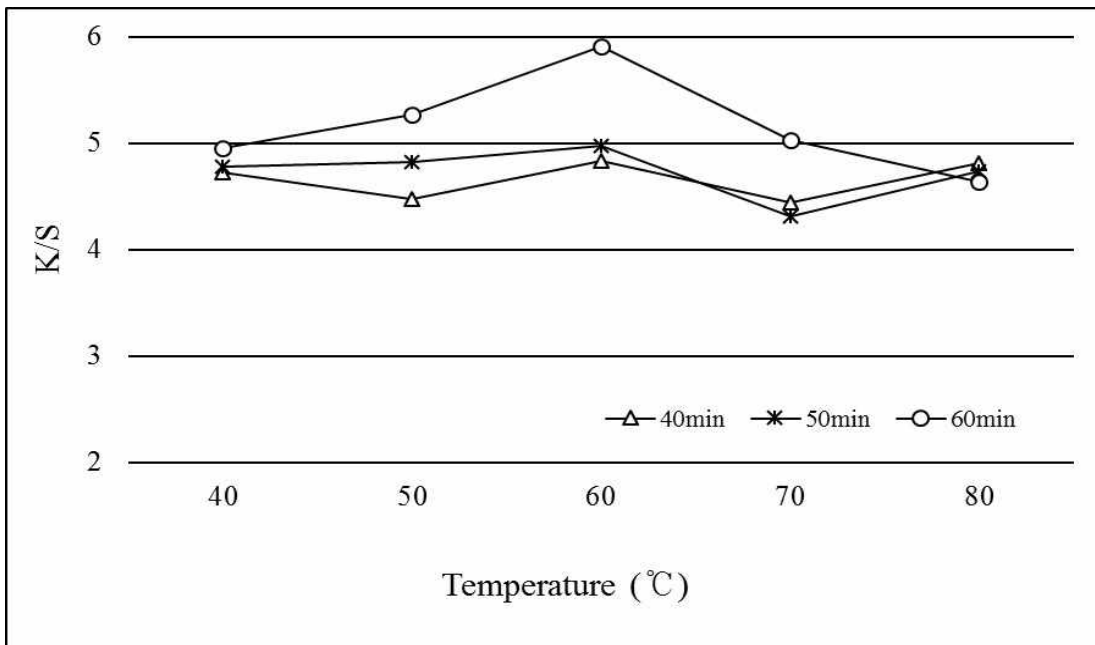


Fig. 1-12. Effect of dyeing time and temperature on dye uptake (K/S) under 100% of dye concentration

비타민나무잎 열수추출물로 염색한 나일론/PU 혼방 편성물의 염착성 거동을 염색 농도, 온도, 시간에 따라 고찰하였다. 최대흡수파장인 360nm에서의 K/S 값을 기준으로 염액농도 10%~100% (owf)에 따라 염색시간 60분에서 염액온도를 40°C~80°C로 조절하면서 염착성 K/S 값의 추이를 살펴보았다(<Fig. 1-13>). 나일론/PU 혼방 편성물의 모든 염색 조건에서 염액 농도가 높아질수록 염착량 K/S 값이 증가하는 추세를 보였다. 구체적으로 50%(owf) 농도까지는 급격히 증가하였고, 그 이후에는 염착량의 증가폭이 둔화되는 경향을 나타내었다. 이는 섬유 중의 특별한 자리에서만 일어나는 경우인 이온성 염료와 이온성 섬유간의 염착에서 주로 보이는 형태로, 50% (owf)의 염액농도 이후로는 염착량이 평형상태에 도달한 것으로 보인다(Lee, 2016). 즉 -CONH- 기가 포함된 섬유에서 일반적으로 나타나는 Langmuir형 등온흡착곡선을 따르는 것으로 보인다. 즉, 나일론/PU 혼방 편성물에는 비타민나무잎 열수추출물의 색소와 섬유 간에 이온결합이 주로 일어나며, 섬유 안에 색소가 들어갈 수 있는 염착좌석이 한정되어 있음을 의미한다 (Trotman, 1975).

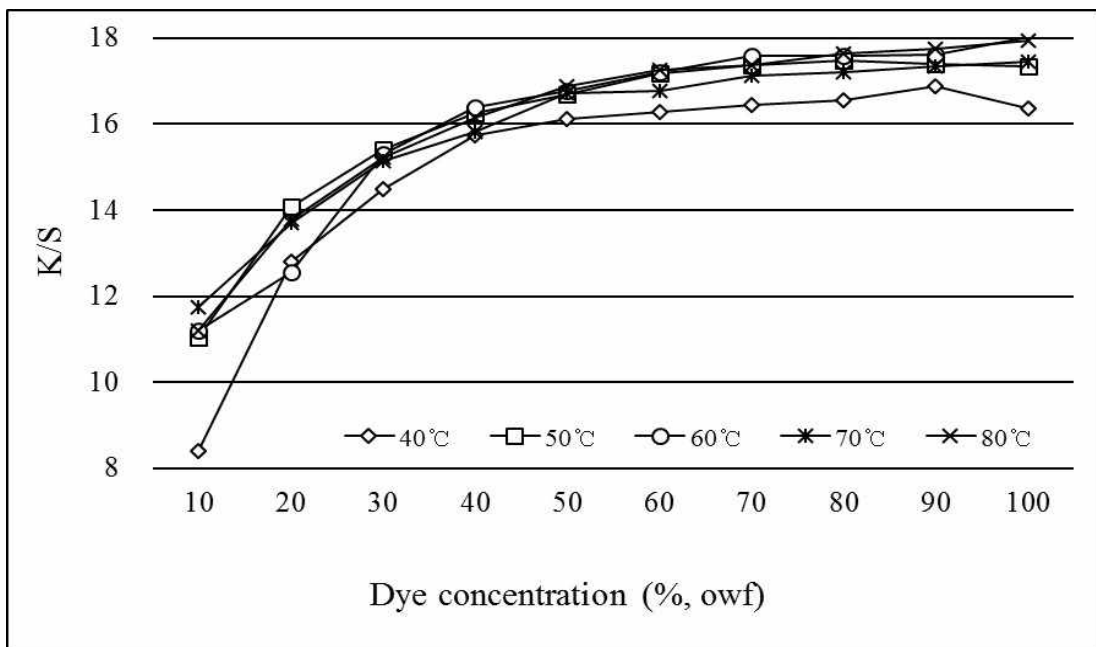


Fig 1-13. Effect of temperature on dye uptake (K/S) of nylon/PU knit depending on dye concentrations (60min)

구체적으로 나일론/PU혼방 편성물에 대한 비타민나무잎 열수추출물의 최적 염색조건을 규명하기 위하여 대표적인 염액 농도 50%, 80% 100%(owf) 별로 20분, 40분, 60분의 염색 시간과 40°C, 50°C, 60°C, 70°C, 80°C의 염액 온도에 따라 염착량 K/S의 추이를 고찰하였다. 염액 농도 50%(owf)의 조건에서 염색 시간과 염액 온도가 염착량 K/S 값에 미치는 영향을 고찰한 결과를 <Fig. 1-14>에 제시하였다. 모든 염색 시간에서 염액 온도가 올라갈수록 염착량 K/S 값이 증가하는 경향임을 알 수 있었는데, 그 증가폭은 20분의 염색 시간에서 더 뚜렷한 경향이었으며, 대체로 70°C와 80°C에서 그 증가가 완만해졌다. <Fig. 1-15>에서 염액 농도 80%(owf)로 염색한 나일론/PU 혼방 편성물의 염액 온도와 염색 시간에 따른 염착량 K/S 값의 추이를 살펴보면, 염액 농도 50%(owf)에서와 유사하게 모든 염색 시간에서 염액 온도가 올라갈수록 염착량 K/S 값이 증가하였으며, 이는 염색 온도 20분에서 더 뚜렷한 경향이었으며 염색 온도 40분과 60분에서는 염색 온도 60도 이후부터는 염착량의 증가가 완만해지는 결과를 나타내었다. <Fig. 1-16>에서도 염액 농도 100%(owf)로 염색한 나일론/PU 혼방 편성물의 염착량 K/S 값은 염색 온도 70°C와 80°C에서 거의 유사한 양상을 보였으며, 대체로 염색 시간 60분에서 가장 높은 염착량을 나타낸다고 사료되었다.

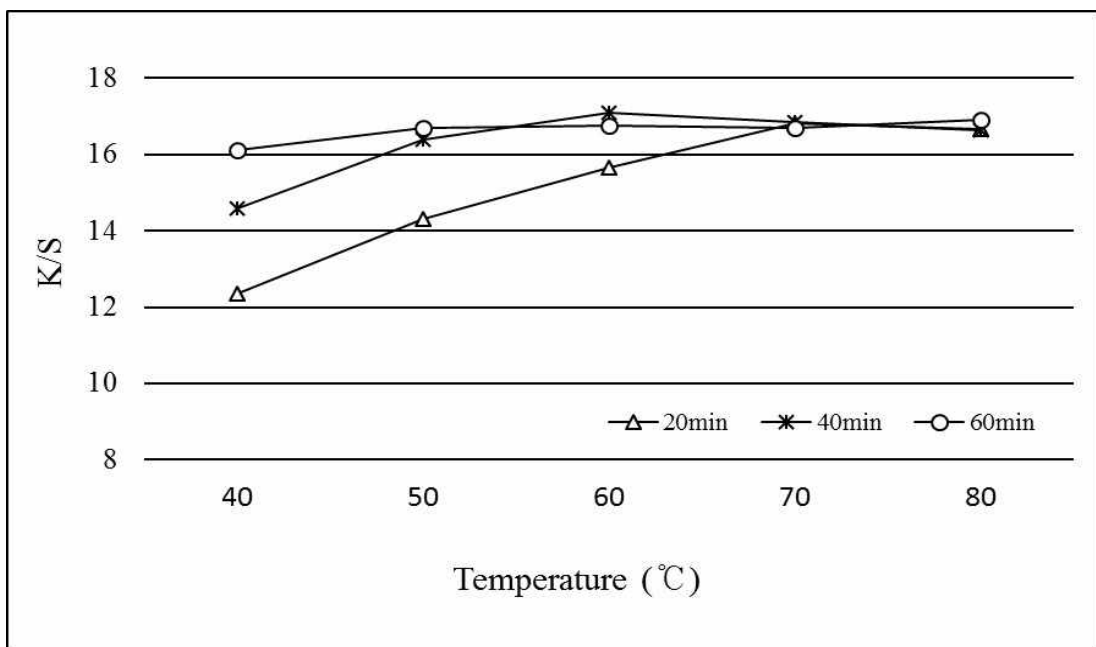


Fig. 1-14. Effect of dyeing time on dye uptake (K/S) under 50% of dye concentration

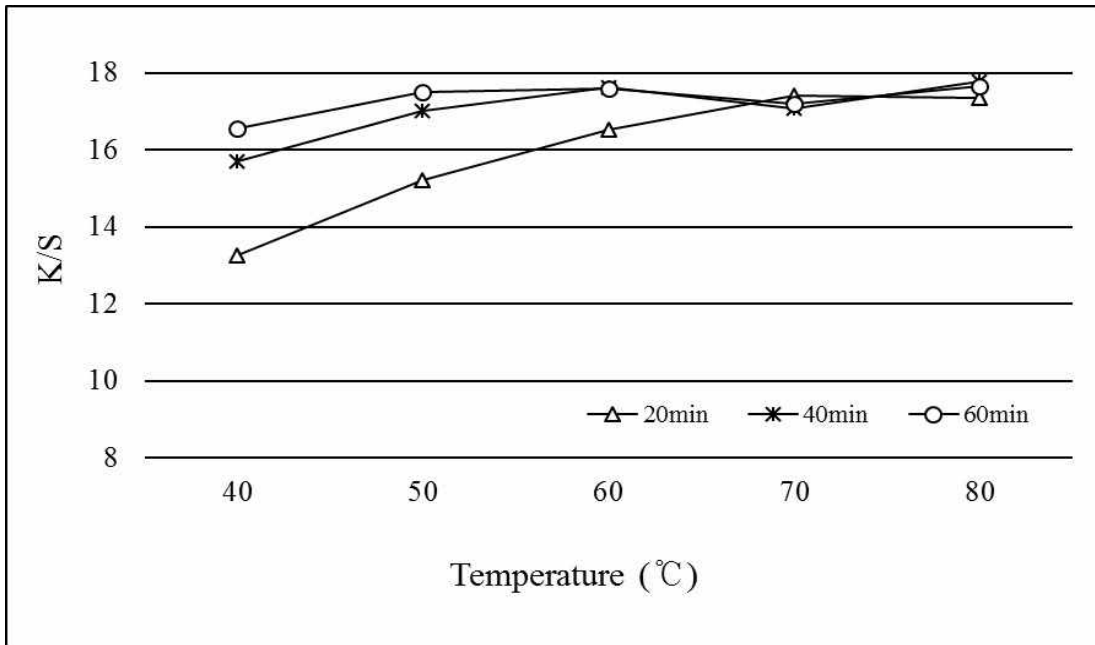


Fig. 1-15. Effect of dyeing time on dye uptake (K/S) under 80% of dye concentration

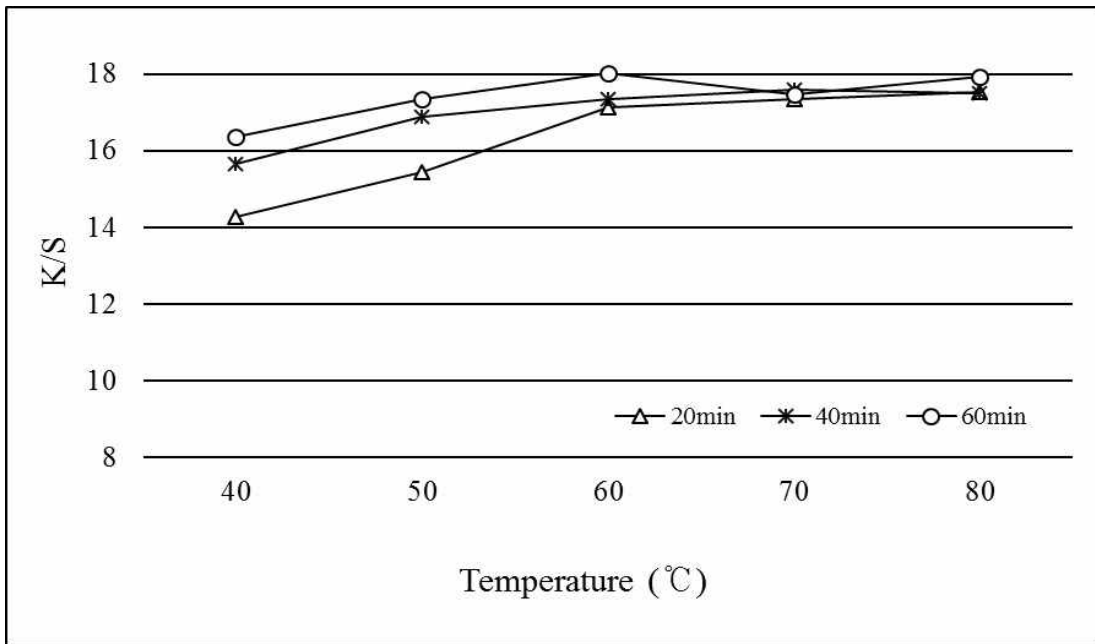


Fig. 1-16. Effect of dyeing time on dye uptake (K/S) under 100% of dye concentration

이상의 결과를 종합하였을 때, 비타민나무잎 열수추출물로 나일론/PU 혼방 편성물을 염색할 때에 60분의 염색 시간에서 대체로 염착량 K/S 값이 가장 높게 나타나는 경향이있다. 염색 온도 또한 염착성에 정적인 영향을 미쳐서, 40°C에서 70°C에 이르기까지 온도가 올라갈수록 염착성 또한 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 단 70°C와 80°C 간의 염착성 차이가 뚜렷하지 않으며, 60분 염색 시에는 80°C에서의 염착성이 다소 높은 결과를 보였으므로, 나일론/PU 혼 방 편성물에 대한 비타민나무잎 열수추출물의 최적염색조건은 70°C, 60분과 80°C, 60분의 조건으로 염색한 면/PU 혼방 편성물의 색채 및 염색견뢰도를 추가 고찰하여, 최적염색조건을 결정할 필요가 있다고 판단되었다.

## 2) 염액 pH에 따른 염착성

면 편성물의 최적염색조건인 60°C, 60분에서 비타민나무잎 열수추출물 염액의 pH를 조절하여 염액의 pH가 염착량에 미치는 영향을 고찰하였다. pH 조절을 하지 않은 비타민나무잎 열수추출물 염액은 pH 5-5.3 사이의 약산성을 보여서, 산성염료의 성질을 보유하는 것으로 생각되었다. 염액농도 10%, 30%, 50%, 80% (owf) 별로 pH에 따른 염착량 K/S 값의 추이를 <Fig. 1-17>에 제시하였다. 모든 염액 농도에서 염액 pH를 2.43, 3.28, 4.06, 6.10로 변화시킨 결과, 중성인 pH 7.15을 기준으로 pH 값이 점점 낮아져서 산성이 강해질수록 K/S 값이 크게 증가하여서, pH 2.43에서 가장 높은 K/S 값을 보였다. 반면에 중성 pH 7.15에서 pH 11.05로 염액의 염기성이 강해질수록 모든 염액 농도에서 K/S 값이 완만하게 감소하는 추세를 나타내었다. 따라서 비타민나무잎 열수추출물은 면 편성물을 염색할 때에 pH 의존성이 나타나며, 산성 조건에서 염착량이 더 우수해지는 것이 확인되었다. 그리고 염액의 산성도가 너무 높을 경우 면직물의 촉감과 물성의 변화에 영향을 미칠 수 있으므로, 염액 pH 3이하의 직물 염색에 바람직하지 않다고 사료된다(Kim, 2009). 이에 비타민나무잎 열수추출물의 면 편성물에 대한 염착성을 가장 높일 수 있는 최적 pH는 3.28이라고 판단되었다. 나일론/PU 혼방 편성물 대상으로 비타민나무잎 열수추출물 염액의 pH를 조절하면서 80°C, 60분의 조건으로 염액 농도 20%, 80%(owf)에서 염색하였을 때에 염착량 K/S 값의 추이는 <Fig. 1-18>과 같다. 염액 농도 20%(owf)와 80%(owf)에서 모두 pH를 조절하여 산성이 강해지면서 K/S 값이 점차 높아져서 염착량이 증가하는 추세

를 보였다, 구체적으로 염액 농도 20%(owf)에서는 pH 4.16일 때 K/S 값이 14.109로 최대 염착량을 나타내었는데, 산성이 강해지면서 pH 2.43과 3.10에 이르면 염착량이 오히려 다소 감소하였다. 한편 염액이 염기성으로 조절되어 염기성이 강해질수록 염착량이 더 감소하는 추세를 보였다. 염착량 K/S 값은 중성 pH 7.14 에서 급격히 감소하기 시작하여 강알칼리 상태인 pH 11.34에서는 K/S 값이 2.823으로 크게 낮아졌다. 염액 농도 80%(owf)에서의 염착량 변화를 살펴보면 pH 4.16일 때 K/S 값이 17.999로 최대 염착량을 보였으며, 산성이 더 강해진 pH 2.43과 3.10에 이르면 염착량이 다소 감소하여서 염액 농도 20%(owf)에서와 유사한 경향을 나타내었다. 또한 pH를 조절하여 염기성이 강해질수록 염착량 K/S 값이 급격히 내려가서 pH 11.34에서는 4.979으로 현저히 낮아져서 최저 염착량을 나타내었다. 따라서 나일론/PU 혼방 편성물에 대한 비타민나무잎 열수추출물의 최대 염착량을 얻을 수 있는 pH 4.16으로 판단되었다.

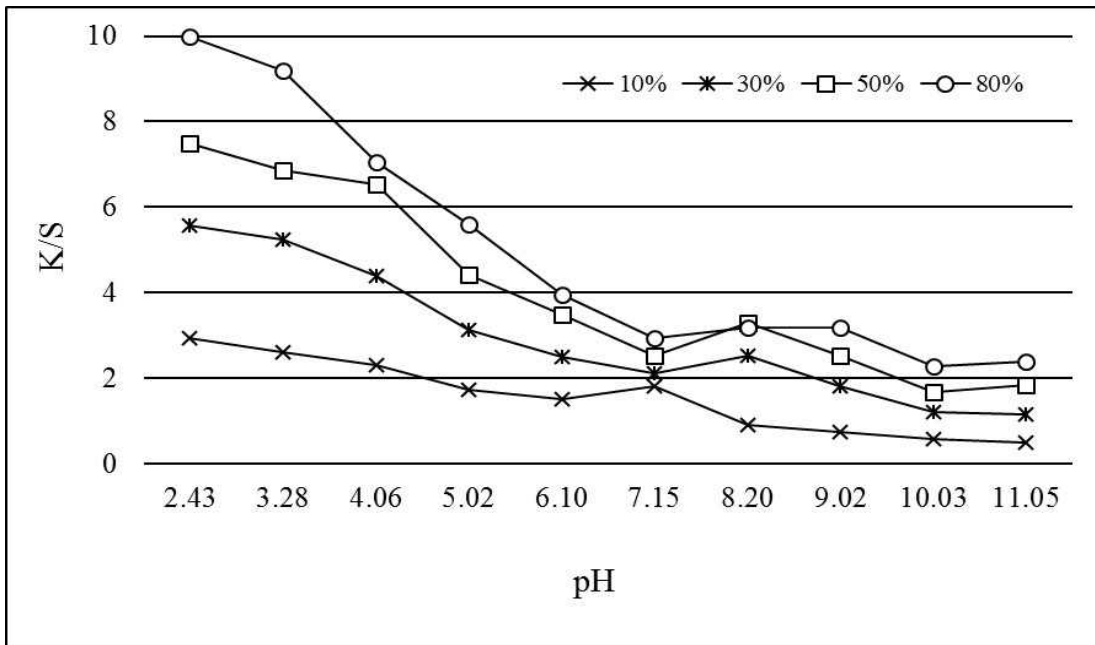


Fig. 1-17. Effect of dye bath pH on the K/S of cotton knit fabric dyed with Sea Buckthorn leaves hot water extract (60°C, 60 min)



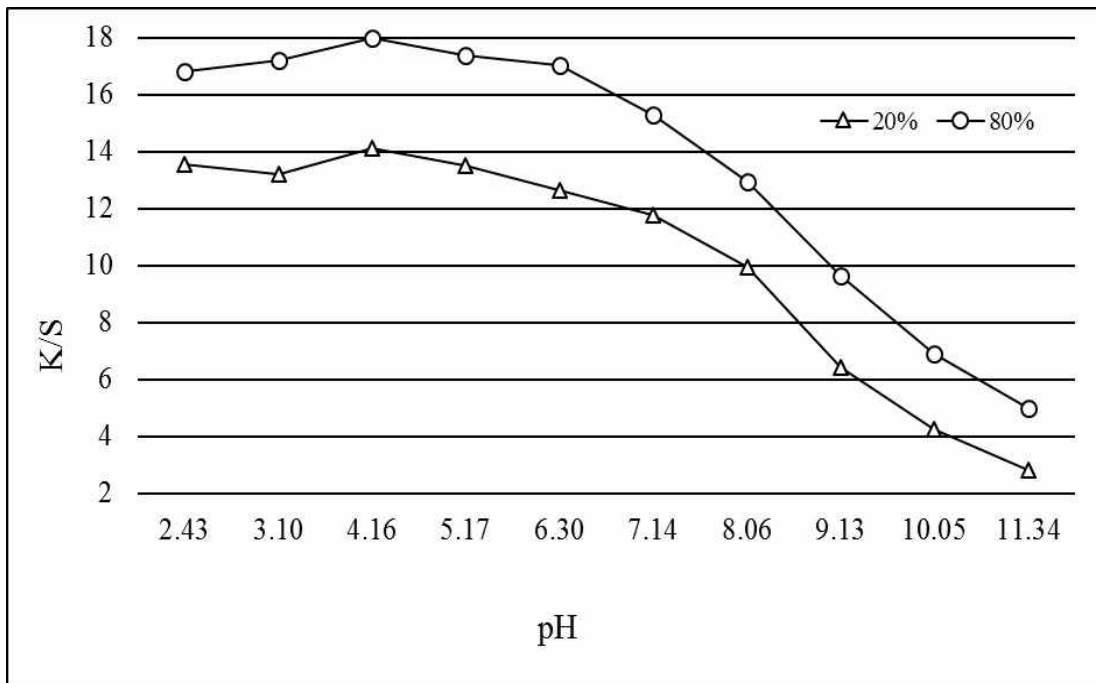


Fig. 1-18. Effect of dye bath pH on the K/S of nylon/PU knit fabric dyed with Sea Buckthorn leaves hot water extract (80°C, 60 min)

### 3) 색채특성

비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물의 표면 색채 특성을 살펴보기 위해 최적염색조건인 염액 온도 60°C, 염색 시간 60분의 조건으로 염액 농도 10%~100%(owf) 범위에서 염색한 결과를 <Table 1-7>에 제시하였다. 모든 염색 조건에서 염색한 면 편성물은 YR(Yellow Red)의 계열의 색상임을 알 수 있었다. 염액 농도가 높아질수록  $\Delta E$  값은 증가하여서 미염색포와의 색차가 커짐을 알 수 있었다. 또한 염액 농도가 높아질수록 명도를 나타내는 CIE L\*과 Munsell V의 값은 낮아져서 색채가 어두워졌으며, 채도를 의미하는 CIE C\*와 Munsell C는 증가하여서 색채가 짙어지는 경향을 나타내었다. 그리고 CIE 색체계에서 각각 Redness와 Yellowness를 표현하는 a\*와 b\*값은 염액 농도가 증가함에 따라 함께 증가하였는데, b\*값은 a\*값보다 더 크게 증가하여서 노란 기미가 더 강해짐을 알 수 있었다. 즉 a\* 값은 2.39에서 3.12 사이를 보여서 매우 약한 붉은 기미를

가지고 있는 것으로 나타났으며,  $b^*$  값은 12.29에서 16.06까지의 값을 나타내어 노란 기미가 더 크게 증가하고 있음을 의미하였다. CIE  $L^*$ 과 Munsell V값은 각각 78.65~66.37, 7.72~6.47의 범위를 보여서 고명도에서 증명도의 색채특성을 알 수 있었다. 한편 Munsell C는 1.95에서 2.51의 범위이며, CIE  $C^*$ 는 12.52~16.36의 범위를 보여서, 비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물은 저채도의 색채특성을 보이는 것으로 나타났다. 염색 면 편성물의 PCCS 색조는 염액 농도가 높아질수록 light, light grayish, soft, dull의 색조로 이동하여서, 이들 4종의 색조가 발현되는 것을 알 수 있었다.

한편 비타민나무잎 열수추출물로 염색한 나일론/PU 혼방 편성물의 표면 색채 특성을 살펴보기 위해 염액 온도 80°C, 염색 시간 60분의 조건으로 염액 농도 10%~100%(owf) 범위로 염색하여 물리적 색채특성을 얻은 결과를 <Table 1-8>에 제시하였다. 모든 염색 조건에서 염색한 나일론/PU 혼방 편성물의 표면 색채는 Y(Yellow)의 계열의 색상임을 알 수 있었으며, YR(Yellow Red)의 계열을 보인 면 편성물과 차이가 있었다. 미염색포와의 색차인  $\Delta E$ 은 10%(owf) 농도에서 38.10이었으며, 100%(owf) 농도에서는 47.12를 보여서 면 편성물에서보다 미염색포와의 색차가 더 큰 것을 알 수 있었다. 또한 염액 농도가 증가함에 따라 CIE  $L^*$ 과 Munsell V는 감소하여 각각 54.34와 5.27의 값까지 내려갔으므로, 면 편성물에서보다 약간 더 낮은 증명도의 색채 발현이 가능한 것으로 나타났다. 염액 농도가 높아질수록 CIE  $C^*$ 와 Munsell C는 증가하여서 각각 12.52~16.36, 1.95~2.51의 범위를 보였으므로, 면 편성물에서 마찬가지로 저채도의 색채를 띠는 경향이었으나 면 편성물보다 더 짙은 색채를 발현한다고 해석되었다. 염액 농도가 증가함에 따라 CIE  $a^*$ 와  $b^*$ 값 또한 증가하였는데,  $a^*$ 값은 2.82에서 4.31의 범위로 약한 붉은 기미를 보이고 있었으며,  $b^*$ 값은 18.70에서 22.10의 사이로 노란 기미가 더 강하게 발현됨을 알 수 있었다. 한편 PCCS 색조로는 염액 농도 10%(owf)만이 soft 였으며, 이보다 높은 염액 농도에서는 모두 dull 색조를 띠는 것으로 나타났다.

Table 1-7. Color characteristics of dyed cotton knit fabric depending on dye concentrations (60°C, 60min)





















Dye conc. (% owf)	CIE				Munsell	PCCS tone	$\Delta E$	Visual color
	L*	a*	b*	C*	H(V/C)			
Control	94.71	0.26	-4.6	-	-	-	-	-
10	78.65	2.39	12.29	12.52	9.06YR(7.72/1.95)	lt	23.41	
20	76.09	2.59	13.35	13.60	9.25YR(7.46/2.10)	ltg	25.97	
30	73.87	2.80	14.00	14.27	9.31YR(7.23/2.21)	sf	28.04	
40	72.32	2.77	14.27	14.53	9.53YR(7.07/2.23)	sf	29.39	
50	69.87	2.88	14.60	14.88	9.56YR(6.82/2.29)	sf	31.51	
60	69.82	2.99	15.12	15.42	9.59YR(6.82/2.37)	sf	31.87	
70	69.20	2.84	15.13	15.39	9.78YR(6.76/2.35)	sf	32.35	
80	67.91	2.99	15.67	15.95	9.79YR(6.63/2.44)	d	33.71	
90	68.06	2.97	15.79	16.07	9.84YR(6.64/2.46)	d	33.67	
100	66.37	3.12	16.06	16.36	9.80YR(6.47/2.51)	d	35.61	











Table 1-8. Color characteristics of dyed nylon/PU knit depending on dye concentrations (80°C, 60min)

Dye conc. (% owf)	CIE				Munsell	PCCS tone	$\Delta E$	Visual color
	L*	a*	b*	C*	H(V/C)			
Control	94.34	-0.43	-2.05	-	-	-	-	-
10	62.56	2.82	18.70	18.91	0.66Y(6.09/2.86)	sf	38.10	
20	58.63	3.05	19.48	19.72	0.79Y(5.69/2.99)	d	41.84	
30	55.91	3.48	19.94	20.24	0.66Y(5.43/3.08)	d	44.45	
40	54.85	3.69	20.30	20.63	0.59Y(5.32/3.15)	d	45.56	
50	54.16	4.07	20.98	21.37	0.47Y(5.25/3.27)	d	46.53	
60	54.51	4.14	21.38	21.78	0.45Y(5.29/3.33)	d	46.44	
70	54.06	4.30	21.84	22.26	0.40Y(5.24/3.41)	d	47.07	
80	53.49	4.39	22.01	22.44	0.40Y(5.19/3.44)	d	47.65	
90	53.25	4.33	21.56	21.99	0.41Y(5.16/3.37)	d	47.63	
100	54.34	4.31	22.40	22.81	0.50Y(5.27/3.49)	d	47.12	

비타민나무잎 열수추출물 염액의 pH가 면 편성물의 표면 색채 특성에 미치는 영향을 고찰하고자, 대표적으로 10%, 30%, 50%, 80%(owf) 별로 pH에 따른 색채특성을 정리하였다. <Table 1-9>은 10%(owf) 염액의 pH에 따른 색채 특성으로, Munsell의 색상 H에 기준하여 pH 7.15 이하에서는 YR(YellowRed) 계열을, pH 8.20 이상에서는 Y(Yellow) 계열을, pH 11.05는 GY(Green Yellow) 계열이었다. 염

액의 염기성이 강해질수록 CIE L\*과 Munsell V 값은 높아지는 추이를 보여서 고명도의 색채가 발현되었다. CIE C\*와 Munsell C는 약산성인 pH 6.10를 중심으로 산성이 더 강해지거나 염기성이 더 강해질수록 CIE C\*값은 모두 높아지는 경향이였다. CIE 색상 값의 Redness와 Yellowness를 표현하는 a\*와 b\*값은 모두 산성이 강해질수록 다소 높아졌는데, 특히 a\*는 pH 9.02, 10.03, 11.05에서 (-) 값을 보여 초록색 기미를 띠기 시작했음을 알 수 있었다. 그리고 b\*값은 pH 6.10 약산성을 중심으로 산성이 강해지거나 염기성이 강해지면서 모두 다소 높아지는 경향을 보였다. 염액의 pH가 pH 6.10을 중심으로 산성이 강해지거나 또는 염기성이 강해질수록 a\*와 b\*의 절대값이 모두 커지는 결과로 인하여 CIE C\*값 또한 커지므로, 염색된 면편성물 표면색채의 유채색 기미가 강해지는 것으로 풀이된다. 염색 직물의 색조는 pH를 조절하지 않았을 때의 light 색조에서 산성이 강해지면 명도가 다소 낮아지고 채도가 높아지면서 soft 색조로 이동하였으며, 염기성이 강해질수록 명도와 채도가 모두 약간씩 높아지면서 light 색조로 변화하는 결과를 보였다.

Table 1-9. Color characteristics of dyed cotton knit depending on pH adjustment (10% owf, 60°C, 60min)

pH	K/S	CIE				Munsell	$\Delta E$	PCCS tone	Visual color
		L*	a*	b*	C*	H(V/C)			
2.43	2.93	70.27	3.23	14.48	14.84	9.19YR(6.86/2.31)	6.27	sf	
3.28	2.61	71.38	2.97	13.43	13.75	9.15YR(6.98/2.14)	4.98	sf	
4.06	2.31	73.28	3.12	13.53	13.88	8.92YR(7.17/2.18)	3.12	sf	
5.02	1.75	76.34	2.81	12.97	13.27	8.91YR(7.49/2.08)	-	lt	
6.10	1.51	77.49	2.55	12.85	13.10	9.09YR(7.60/2.04)	1.19	ltg	
7.15	1.82	76.71	2.61	13.54	13.79	9.24YR(7.52/2.14)	0.71	ltg	
8.20	0.90	81.99	0.09	14.86	14.86	1.89Y(8.07/2.03)	6.55	lt	
9.02	0.75	83.89	-0.52	14.94	14.95	2.57Y(8.26/1.97)	8.49	lt	
10.03	0.58	88.05	-2.70	14.25	14.50	6.03Y(8.69/1.72)	13.00	lt	
11.05	0.50	90.94	-5.12	14.84	15.70	0.92GY(8.99/1.74)	16.72	p	

<Table 1-10>과 <Table 1-11>, <Table 1-12>는 각각 염액 농도 30%와 50%, 80%(owf)로 염색한 면 편성물의 색채 특성이다. Munsell의 색상 H를 살펴보면 pH를 조절하지 않은 염액 그대로의 pH 5.02를 중심으로 산성이 강해질수록 YR(YellowRed) 계열 색상을, 염기성이 강해질수록 Y(Yellow) 계열 색상을 띠어서, 비타민나무잎 열수추출물 염액의 pH는 염색된 면섬유의 색상을 변화시키는 것으로 보인다. 또한 CIE L\*과 Munsell V 값은 염액의 염기성이 강해질수록 높아져서 밝은 색상으로 변화하였다. CIE C\*와 Munsell C 값은 염액의 염기성이 강해질수록 높아졌는데, 이는 <Table 1-7>에서와 마찬가지로 염기성이 강해질수록 CIE a\*와 b\*의 절대값이 커져서 유채색 기미가 강해지는 결과에 기인한다고 해석할 수 있다. 염색 면직물 표면색채의 색조는 염액의 pH를 조절하지 않았을 때와 중성 염색에서는 soft, 또는 dull 색조였는데, 산성이 강해질수록 색이 어둡고 짙어져서 모두 dull 색조로 변화한 반면에, 염기성이 강해지면 색이 밝고 짙어지면서 light 색조로 이동하는 경향이었다.

Table 1-10. Color characteristics of dyed cotton knit depending on pH adjustment (30% owf, 60°C, 60min)











pH	K/S	CIE				Munsell	$\Delta E$	PCCS tone	Visual color
		L*	a*	b*	C*	H(V/C)			
2.43	5.58	65.00	3.48	16.20	16.57	9.59YR(6.33/2.56)	6.98	d	
3.28	5.26	66.86	3.55	16.55	16.93	9.53YR(6.52/2.62)	5.29	d	
4.06	4.40	68.86	3.30	15.72	16.06	9.49YR(6.72/2.48)	3.12	sf	
5.02	3.14	71.84	2.97	14.88	15.17	9.47YR(7.02/2.34)	-	sf	
6.10	2.51	73.92	2.51	13.97	14.19	9.61YR(7.24/2.17)	2.32	sf	
7.15	2.13	75.69	0.61	18.82	18.83	2.03Y(7.42/2.68)	6.00	sf	
8.20	2.53	76.29	-2.26	27.67	27.76	4.34Y(7.48/3.80)	14.52	sf	
9.02	1.81	80.19	-2.89	26.38	26.54	4.64Y(7.88/3.57)	15.37	lt	
10.03	1.20	85.52	-5.06	25.90	26.39	6.82Y(8.43/3.33)	19.32	lt	
11.05	1.17	86.95	-6.49	28.66	29.38	7.86Y(8.58/3.67)	22.53	lt	



Table 1-11. Color characteristics of dyed cotton knit depending on pH adjustment (50% owf, 60°C, 60min)





















pH	K/S	CIE				Munsell	$\Delta E$	PCCS tone	Visual color
		L*	a*	b*	C*	H(V/C)			
2.43	7.50	62.97	3.74	17.46	17.86	9.71YR(6.13/2.77)	7.12	d	
3.28	6.87	64.85	3.65	17.30	17.68	9.67YR(6.32/2.74)	5.29	d	
4.06	6.54	65.60	3.53	17.12	17.48	9.70YR(6.39/2.70)	4.52	d	
5.02	4.41	69.76	2.92	15.47	15.74	9.76YR(6.81/2.41)	-	d	
6.10	3.49	71.89	2.58	15.26	15.47	9.95YR(7.03/2.34)	2.16	sf	
7.15	2.52	75.18	0.56	19.05	19.06	2.14Y(7.37/2.71)	6.91	sf	
8.20	3.30	74.49	-2.57	30.65	30.76	4.57Y(7.30/4.22)	16.83	sf	
9.02	2.54	78.64	-3.34	30.85	31.03	4.86Y(7.72/4.21)	18.83	lt	
10.03	1.68	82.66	-4.25	28.26	28.58	5.60Y(8.14/3.76)	19.53	lt	
11.05	1.86	83.58	-5.36	32.08	32.53	6.31Y(8.23/4.27)	23.14	lt	

Table 1-12. Color characteristics of dyed cotton knit depending on pH adjustment (80% owf, 60°C, 60min)

pH	K/S	CIE				Munsell	$\Delta E$	PCCS tone	Visual color
		L*	a*	b*	C*	H(V/C)			
2.43	9.98	60.10	3.90	18.63	19.04	9.90YR(5.84/2.95)	7.63	d	
3.28	9.18	61.89	3.71	18.52	18.89	9.93YR(6.02/2.91)	5.92	d	
4.06	7.06	65.17	3.28	17.48	17.78	0.01Y(6.35/2.72)	2.53	d	
5.02	5.60	67.20	2.92	16.01	16.28	9.96YR(6.55/2.48)	-	d	
6.10	3.96	71.64	2.49	16.23	16.42	0.23Y(7.00/2.47)	4.46	sf	
7.15	2.93	73.33	1.50	17.85	17.91	1.26Y(7.18/2.62)	6.56	sf	
8.20	3.19	74.60	-1.50	27.90	27.94	3.95Y(7.31/3.88)	14.69	sf	
9.02	3.18	75.53	-2.68	32.08	32.19	4.59Y(7.40/4.42)	18.95	sf	
10.03	2.29	79.40	-3.31	31.89	32.06	4.76Y(7.80/4.37)	20.97	lt	
11.05	2.40	80.48	-3.79	33.64	33.85	4.96Y(7.91/4.60)	23.06	lt	

비타민나무잎 열수추출물 염액의 pH가 나일론/PU 혼방 편성물의 표면색채특성에 미치는 영향을 고찰하고자, 대표 염액 농도인 20%와 80%(owf)를 대상으로 pH에 따른 물리적 색채특성을 측정하였다. <Table 1-13>은 20%(owf) 염액의 pH 조건에 따라 나일론/PU 혼방 편성물의 색채 특성을 고찰한 결과이다. Munsell의 색상은 YR(Yellow Red) 계열로 나타난 pH 2.43을 제외하고 모두가 Y(Yellow) 계열의 색상임을 알 수 있었다. CIE L\*은 염액 pH가 산성이 강할수록 그 값이 낮아져서 어두운 색채를 나타내었으며, CIE C\*는 염액의 pH가 약산성과 약염기성의 범위에서는 pH를 조절하지 않은 염액에서와 유사한 값을 보였다. 그러나 이보다 산성이 강해지면 그 값이 다소 높아져서 색이 진해지는 추이를 보였으며, 염기성이 이보다 더 강해지면 C\*는 값이 다소 낮아져서 색이 열리는 경향을 나타내었다. 한편 CIE a\*는 pH가 산성으로 갈수록 다소 높아져서 붉은 기미가 강해지는 경향이었으며, 염액의 염기성이 강해져서 pH 10.05과 11.34에서 a\*가 (-) 값을 보여 초록 기미가 나타나고 있음을 알 수 있었다. 대체로 나일론/PU 혼방 편성물은 비타민나무잎 열수추출물 염액의 pH 조절에 의해 표면색채의 밝기가 가장 큰 영향을 받았으며, 염액의 염기성이 강해질수록 급격히 K/S 값이 감소하여 밝고 옅은 색이 되었다. 염색 직물 표면색채의 색조는 pH를 조절하지 않은 염액에서는 dull 색조였으며 산성이 더 강해져도 색채에는 뚜렷한 변화가 없어서 dull 색조를 유지한 반면에, 염기성이 강해질수록 점차 색이 더 밝고 열어져서 pH 8.06부터는 soft 색조를 띠었다. <Table 1-14>는 80%(owf) 염액의 pH를 조절하면서 염색된 나일론/PU 혼방 편성물의 색채 특성을 고찰한 결과이다. Munsell의 색상 H를 살펴보면 pH를 조절하지 않은 염액에 의해서 염색 직물의 표면색 색상은 Y(Yellow) 계열이었으나, 산성이 더 강해지면 YR(Yellow Red) 계열로 바뀌었으며, 염기성이 강해지는 쪽으로 pH를 조절하면 Y(Yellow) 계열이 유지되었다. CIE L\* 값과 Munsell V 값은 pH가 산성 조건으로 갈수록 낮아져서 어두운 색채가 되었으며, 염기성이 강해지면 밝고 옅은 색이 되면서 CIE L\* 값 또한 높아지는 경향을 보였다. CIE C\*와 Munsell C는 pH 조절을 하지 않은 염액을 중심으로 산성이 강해지거나 또는 염기성이 강해질수록 모두 그 값들이 높아져서 더 짙은 색으로 변화함을 알 수 있었다. 또한 CIE 색상 값에서 a\*는 pH가 산성 조건으로 갈수록 a\*의 값은 높게 나타났으며, 염기성으로 갈수록 a\*의 값은 낮아지다가 pH 11.34에서부

터는 (-) 값을 보여 초록 기미를 띠기 시작하였음을 알 수 있었다. CIE  $b^*$  값은 중성 범위에서 가장 낮은 값을 보이다가 산성 또는 염기성이 강해질수록 그 값이 완만하게 높아지는 추이를 나타내어서 산성과 염기성에서 노란 기미가 더 강해진다고 해석할 수 있었다. 정리하면 비타민나무잎 열수추출물의 염액은 산성 조건에서 나일론/PU 혼방 편성물의 섬유와 결합력이 더 강해지면서 염착성이 강해져서 더 짙고 어두운 색채를 보였으며, 염기성으로 진행될수록 전반적으로 섬유와의 결합력이 약해진다고 풀이할 수 있다.

Table 1-13. Color characteristics of dyed nylon/PU knit depending on pH adjustment (20% owf)












pH	K/S	CIE				Munsell	$\Delta E$	PCCS tone	Visual color
		L*	a*	b*	C*	H(V/C)			
2.43	13.57	55.54	4.41	19.80	20.28	9.95YR(5.39/3.15)	3.79	d	
3.10	13.23	55.04	4.38	20.71	21.17	0.14Y(5.34/3.27)	4.37	d	
4.16	14.11	54.81	4.68	22.20	22.69	0.18Y(5.32/3.50)	5.22	d	
5.17	13.51	59.10	3.15	19.67	19.92	0.73Y(5.74/3.03)	-	d	
6.30	12.65	61.55	2.48	20.05	20.20	1.16Y(5.99/3.03)	2.57	d	
7.14	11.76	64.49	1.95	20.22	20.32	1.50Y(6.28/3.00)	5.54	d	
8.06	9.96	68.38	1.48	20.53	20.58	1.78Y(6.67/3.00)	9.47	sf	
9.13	6.44	73.74	1.20	19.06	19.10	1.63Y(7.22/2.77)	14.77	sf	
10.05	4.25	80.77	-0.30	19.46	19.46	2.66Y(7.94/2.69)	21.94	lt	
11.34	2.82	88.17	-3.02	16.06	16.34	6.00Y(8.70/1.94)	29.94	p	

Table 1-14. Color characteristics of dyed nylon/PU knit depending on pH adjustment (80% owf)

pH	K/S	CIE				Munsell	$\Delta E$	PCCS tone	Visual color
		L*	a*	b*	C*	H(V/C)			
2.43	16.81	52.23	5.45	22.22	22.88	9.75YR(5.06/3.55)	3.24	d	
3.10	17.22	51.01	5.97	23.14	23.89	9.57YR(4.95/3.72)	4.73	d	
4.16	18.00	51.44	5.61	23.34	24.00	9.85YR(4.99/3.71)	4.28	d	
5.17	17.40	55.10	4.03	21.77	22.14	0.55Y(5.35/3.38)	-	d	
6.30	17.05	57.64	2.48	20.72	20.87	1.43Y(5.60/3.12)	3.15	d	
7.14	15.29	59.66	2.49	19.87	20.03	1.25Y(5.80/3.00)	5.17	d	
8.06	12.95	63.25	2.31	20.04	20.18	1.24Y(6.16/3.01)	8.51	sf	
9.13	9.63	68.89	1.66	20.52	20.58	1.61Y(6.72/3.01)	14.05	sf	
10.05	6.91	75.50	0.07	22.03	22.03	2.74Y(7.40/3.11)	20.78	sf	
11.34	4.98	81.04	-2.09	23.56	23.65	4.13Y(7.97/3.20)	26.71	lt	

### 3.2.2. 염색견뢰도

비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물의 염색견뢰도는 염액온도 60°C, 염색시간 60분의 조건으로 발현된 대표적인 색조 light, soft, dull의 시료를 대상으로 실시하였다. 동일 색조에는 pH 미조절 염액보다 농도가 낮으나 산성으로 pH를 조절하여 동일 색조를 발현한 경우의 시료도 포함하여 평가하였다. 염색견뢰도로 땀, 마찰, 일광, 손세탁에 대한 견뢰도를 평가하였는데 그 결과는 <Table 1-15>와 같다. 염액 농도 10%로 열린 색조인 light의 경우, 땀견뢰도는 산성과 알칼리성으로 나누어 측정한 변퇴색에서 4-5등급, 섬유에 대한 오염도에서 4-5등급을 보였다. 손세탁견뢰도는 변퇴색에서 2-3등급, 섬유에 대한 오염도 4-5등급을 나타내었으며, 마찰견뢰도는 건조 4-5등급, 습윤 4등급을, 일광견뢰도에서 2등급을 나타내었다. 염액 농도 30%로 soft 색조의 면 편성물은 땀 견뢰도가 산성과 알칼리성으로 나누어 측정한 변퇴색에서는 4등급, 섬유에 대한 오염도에서 4-5등급을 보였다. 손세탁견뢰도는 변퇴색에서 2-3등급, 섬유에 대한 오염도 4-5등급을 나타내었으며, 마찰견뢰도는 건조, 습윤 모두 4등급을, 일광 견뢰도는 2-3등급을 보였다. 또 다른 soft 색조에 속하는 염액 농도 50% 와 염액 농도 10%를 pH3으로 조절한 면 편성물의 경우는 마찰견뢰도와 일광견뢰도를 제외하고 다른 항목의 견뢰도는 동일한 등급을 나타내었다. 즉, 땀견뢰도는 산성과 알칼리성으로 나누어 측정한 변퇴색이 4등급, 섬유에 대한 오염도에서 4-5등급이었으며, 손세탁견뢰도는 변퇴색에서 2-3등급, 섬유에 대한 오염도 4-5등급을 얻었다. 마찰견뢰도는 염액 농도 10%를 pH3으로 조절한 면 편성물이 건조 시에 4-5등급, 습윤 시에 4등급으로 더 우수하였고, 일광견뢰도는 염액 농도 50%로 염색한 면 편성물이 3등급으로 다소 더 높은 결과를 보였다. 염액 농도 80%로 dull 색조를 발현한 면 편성물은 땀 견뢰도에서 산성과 알칼리성으로 나누어 측정한 변퇴색이 4등급, 섬유에 대한 오염도에서 4-5등급을 보였다. 손세탁견뢰도는 변퇴색에서 2-3등급, 섬유에 대한 오염도는 모든 섬유에 대하여 4-5등급을 나타내었으며, 마찰견뢰도는 건조 4등급, 습윤 3-4등급을, 일광견뢰도에서 3등급을 보였다. 또다른 dull 색조에 속하는 염액 농도 30%를 pH 3으로 조절한 경우와 염액 농도 80%를 pH 3으로 조절한 경우에는 일광견뢰도를 제외하고 모두 염액 농도 30%에 pH3으로 조절한 시료가 염색

건뢰도 면에서 다소 우수한 결과를 보였다. 즉, 땀건뢰도는 산성과 알칼리성으로 나누어 측정한 변퇴색에서 모두 4등급을 보였으나, 섬유에 대한 오염도에서는 염액 농도 30%에 pH3으로 조절한 시료가 면에 대해 4등급, 양모에 대해 3-4등급으로 약간 우수하였다. 마찰건뢰도에서도 건조에서 4-5등급, 습윤에서 4등급으로 더 우수하였다. 손세탁건뢰도는 모든 항목에서 두 조건의 시료가 동일한 등급을 보였다. 반면에 일광건뢰도는 염액 농도 80%에 pH3으로 조절한 면 편성물이 3등급을 보여서 더 우수한 결과를 나타내었다.

대체로 비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물의 염색건뢰도는 대부분 4등급 또는 4-5등급으로 우수하였다, 그러나 일광건뢰도는 2등급, 2-3등급, 3등급이었으며, 손세탁건뢰도에서 변퇴색이 2-3등급 이하여서 다소 저조하였다. 색조에 따라 염색건뢰도에는 뚜렷한 차이를 보이지 않았으며, 동일한 색조에서 pH 미조절한 시료와 pH를 조절하여 더 낮은 염액농도를 적용한 시료 간에도 염색건뢰도에 명확한 차이는 나타나지 않았다.



Table 1-15. Dyeing fastness properties of dyed cotton knit (60°C, 60min)

PCCS tone & dyeing conditions			lt	sf			d			
			-	-		pH 3	-	pH 3		
Dyeing fastness properties			10	30	50	10	80	30	80	
			Perspiration	Acidic	Color change	4-5	4	4	4	4
Stain	Cotton	4-5			4-5	4-5	4-5	4-5	4	3-4
	Wool	4-5			4-5	4-5	4-5	4-5	3-4	3-4
Alkaline	Color change	4-5		4	4	4	4	4	4	
	Stain	Cotton		4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4	3-4
		Wool		4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	3-4	3-4
Rubbing	Dry		4-5	4	4	4-5	4	4-5	4	
	Wet		4	4	3-4	4	3-4	4	3-4	
Light fastness	Color change		2	2-3	3	2-3	3	2-3	3	
Hand washing laundry	Color change		2-3	2-3	2-3	2-3	2-3	2	2	
	Stain	Acetate	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	
		Cotton	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	
		Polyamide	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	
		Polyester	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	
		Acrylic	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	
		wool	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	4-5	

비타민나무잎 열수추출물로 염색한 나일론/PU 혼방 편성물의 염색견뢰도는 앞에서 언급한 바와 같이 염착성 K/S 값의 차이가 뚜렷하지 않았던 염색 시간 70°C와 80°C의 조건을 모두 대상으로 하여 실시하였다. 염색 시간 70°C 조건에서는 dull 색조를 띤 염액 농도 20%와 80%로 염색한 시료를 대상으로 염색견뢰도를 평가하였으며, 80°C 조건에서는 dull 색조를 발현하는 네 조건(20%, 80%, 20% & pH4, 80% & pH4)의 시료를 대상으로 평가하였다. 우선 염액 온도 70°C의 조건으로 염색한 나일론/PU혼방 편성물의 염색견뢰도 평가 결과는 <Table 1-16>과 같다. 염액 농도 20%(owf)로 염색 시료는 일광견뢰도를 제외한 모든 견뢰도 항목에서 4-5등급의 우수한 견뢰도를 나타내어서, 땀과 마찰, 손세탁에 대한 견뢰도가 우수함을 알 수 있었다. 한편 80%(owf) 염액 농도로 염색한 시료는 땀견뢰도에서 면섬유에 대한 오염도에서 4등급을 나타내었으며 Polyamide 섬유에 대한 오염도와 변퇴색 등급은 4-5등급으로 우수하였다. 마찰견뢰도는 건조 시에 4-5등급을, 습윤 시에 4등급을 보였으며, 손세탁견뢰도는 모든 세부항목에서 4-5등급을 나타내서 우수하였다. 그러나 일광견뢰도는 20% 염액 농도 조건의 시료와 마찬가지로 1등급의 저조한 견뢰도를 보여서 개선이 필요한 것으로 판단되었다. 한편 염색 온도 80°C에서 염색한 나일론/PU혼방 편성물의 염색견뢰도 평가 결과는 <Table 1-15>에 제시하였다. pH를 조절하지 않은 염액농도 20%와 80%로 각각 염색한 시료들은 일광견뢰도를 제외한 모든 견뢰도 항목에서 4-5등급의 매우 우수한 결과를 보여서 염색 면 편성물이 제품으로서의 실용성을 만족할 것으로 기대되었다. 반면에 pH를 조절한 용액으로 염색한 시료들은 대체로 우수한 견뢰도였으나 땀견뢰도와 마찰견뢰도에서 4등급 항목들이 있었다. 일광견뢰도는 모든 시료가 낮은 등급을 보였는데, <Table 1-16>의 70°C 조건의 시료들보다 약간 높은 등급을 보였다. 이는 염색 온도가 70°C에서 80°C로 상승하면서, K/S 수치로 판단되는 염착성에서는 차이가 없으나, 색소의 염착이 다소 견고해짐에 따라, 외부 물리적 힘이나 화학적 충격에 의해 색소가 탈락되는 정도가 적어지는 것으로 사료된다.

Table 1-16. Dyeing fastness properties of dyed nylon/PU knit (70°C, 60min)

PCCS tone & dyeing conditions			d		
			20	80	
Dyeing fastness properties					
Perspiration	Acidic	Color change		4-5	4-5
		Stain	Cotton	4-5	4
			Polyamide	4-5	4-5
	Alkaline	Color change		4-5	4-5
		Stain	Cotton	4-5	4
			Polyamide	4-5	4-5
Rubbing	Dry			4-5	4-5
	Wet			4-5	4
Light fastness	Color change			1	1
Hand washing laundry	Color change			4-5	4-5
	Stain	Acetate		4-5	4-5
		Cotton		4-5	4-5
		Polyamide		4-5	4-5
		Polyester		4-5	4-5
		Acrylic		4-5	4-5
		wool		4-5	4-5

Table 1-17. Dyeing fastness properties of dyed nylon/PU knit (80°C, 60min)

PCCS tone & dyeing conditions			d				
			-		pH 4		
Dyeing fastness properties			20	80	20	80	
			Perspiration	Acidic	Color change	4-5	4-5
Stain	Cotton	4-5			4-5	4	4-5
	Polyamide	4-5			4-5	4	4-5
Alkaline	Color change	4-5		4-5	4-5	4-5	
	Stain	Cotton		4-5	4-5	4	4
		Polyamide		4-5	4-5	4	4-5
Rubbing	Dry		4-5	4-5	4	4	
	Wet		4-5	4-5	3-4	4	
Light fastness	Color change		1-2	1-2	2	2-3	
Hand washing laundry	Color change		4-5	4-5	4	4-5	
	Stain	Acetate	4-5	4-5	4-5	4-5	
		Cotton	4-5	4-5	4-5	4-5	
		Polyamide	4-5	4-5	4-5	4-5	
		Polyester	4-5	4-5	4-5	4-5	
		Acrylic	4-5	4-5	4-5	4-5	
		wool	4-5	4-5	4-5	4-5	

### 3.3. 비타민나무잎 열수추출물 염색 직물의 피부건강기능성

#### 3.3.1. 향미생물성

비타민나무잎 열수추출물로 염색한 직물의 향미생물성을 평가하기 위하여 KS K 0693에 의한 정균감소 시험을 실시하였다. <Table 1-18>에서 최적염색조건 60°C, 60분의 조건으로 10%, 30%, 50%(owf)의 서로 다른 염액 농도로 각각 염색 처리한 면 편성물에 대하여 황색포도상구균과 폐렴간균의 2종균에 대한 정균 감소율을 평가하였다. 서로 다른 염액 농도로 염색한 면 편성물은 황색포도상구균과 폐렴간균에 대하여 각각 99.9% 이상의 탁월한 균 감소율을 나타내었다. 이는 비타민나무잎 열수추출물이 면 편성물에 염착되었을 경우에 비타민나무잎 열수추출물 자체의 우수한 향미생물성이 염색 직물에서도 발휘된 것으로 해석할 수 있다. 또한 면 편성물에 pale 색조를 부여하는 10%(owf), light 색조를 부여하는 30%(owf), soft 색조를 발현시키는 50%(owf) 농도 조건에서 모두 우수한 향미생물성이 발휘되었으므로, grayish 색조를 띠는 70%(owf) 농도 염색 직물과 dull 색조를 띠는 100%(owf) 농도 염색 직물에서도 탁월한 향미생물성이 예측될 수 있다. 이러한 결과는 10%와 같은 저농도 염색 면섬유소재에서도 우수한 향미생물성을 기대할 수 있으며, 최종 섬유제품을 위해 다양한 색조 별로 향미생물성의 피부건강기능성을 가진 면 섬유 소재의 활용이 가능할 수 있음을 의미하고 있다.

비타민나무잎 열수추출물의 10%, 20%, 80%(owf) 농도 조건에서 최적염색조건 60°C, 60분으로 각각 염색한 나일론/PU 혼방 편성물의 향미생물성 평가 결과를 <Table 1-19>에 제시하였다. 황색포도상구균과 폐렴간균의 2종균에 대한 정균 감소율을 측정한 결과, 모든 조건에서 염색한 나일론/PU 혼방 편성물은 두 균에 대해서 각각 99.9% 이상의 탁월한 균 감소율을 나타내었다. 이는 FT-IR 분석에서 추정된 폴리페놀과 플라보노이드 성분을 지닌 비타민나무잎 열수추출물이 나일론/PU 혼방 편성물에 염착되어서 추출물 자체의 우수한 향미생물성이 염색 직물에서도 확인되었다고 사료된다. 또한 면 편성물에서와 마찬가지로 10%(owf)의 저농도 염색시에도 우수한 향미생물성을 얻을 수 있으므로, 염재의 경제성에도 기여를 할 것으로 사료된다. 나아가 나일론/PU 혼방 편성물에 soft 색조를 부여하는 10%와

20%(owf), dull 색조를 부여하는 80%(owf)의 농도 조건에서 모두 우수한 항미생물성이 발휘되었으므로, 다양한 색조의 염색 직물에서 항미생물성의 피부건강기능성을 함께 활용할 수 있을 것으로 기대된다.

Table 1-18. Antimicrobial activity against *S. aureus* and *K. pneumoniae* of dyed cotton knit

















Dye concentration (% owf)	Bacterial reduction rate (%)			
	<i>Staphylococcus aureus</i>		<i>Klebsiella pneumoniae</i>	
Control	-	 [ 대조편 (Control sample), After (18 ± 1) h ]	-	 [ 대조편 (Control sample), After (18 ± 1) h ]
10	99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, 시료1 ]	>99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, 시료1 ]
30	99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, 시료2 ]	>99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, 시료2 ]
50	99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, 시료3 ]	>99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, 시료3 ]

Table 1-19. Antimicrobial activity against *S. aureus* and *K. pneumoniae* of dyed nylon/PU knit

Dye concentration (% o/w)	Bacterial reduction rate (%)			
	<i>Staphylococcus aureus</i>		<i>Klebsiella pneumoniae</i>	
Control	-	 [ 대조편(Control sample), After (18 ± 1) h ]	-	 [ 대조편(Control sample), After (18 ± 1) h ]
10	99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h ]	99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h ]
20	99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, 시료1 ]	>99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, 시료1 ]
80	99.8	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, 시료2 ]	>99.9	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, 시료2 ]

### 3.3.2. 자외선차단성

비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물의 자외선차단성을 평가한 결과는 <Table 1-20>과 같다. 면 편성물의 염색 결과로 나타난 직물 표면색채 색조인 light, soft, dull 별로 시료를 선택하였다. 염색한 면 편성물의 자외선 차단율은 모든 색조에서 95% 이상의 우수한 결과를 나타내었으며, 염액 농도가 증가하거나 pH를 조절하여 표면색 강도를 높여서 색이 짙어질수록 자외선 차단율이 완만하게 증가하는 추이를 보였다. 또한 자외선 차단지수와 차단등급에서는 염액 농도 10%로 염색하여 light 색조를 띤 면 편성물이 각각 31.3과 30을 나타내었다. 한편 염액 농도 80%로 dull 색조를 띤 면 편성물부터는 자외선 차단지수가 50, 차단 등급은 UV protection factor 최고등급인 50+ 이상을 보여서, 우수한 자외선차단성을 발휘하는 천연염색 소재로 판단되었다.

Table 1-20. UV protection properties of dyed cotton knit

PCCS tone	Dye conc. (% owf)	pH adjustment	UV protection factor		UV cut ratio (%)	
			UPF	Grade	UV-A (315~400nm)	UB-B (290~315nm)
-	Undyed	-	7.6	0	83.6	87.9
lt	10%	-	31.3	30	95.7	97.1
sf	30%	-	51.1	50	97.4	98.1
	50%	-	47.5	30	97.4	98.0
	10%	pH 3	45.0	30	97.2	98.0
d	80%	-	58.6	50+	97.8	98.4
	30%	pH 3	69.2	50+	98.1	98.6
	80%	pH 3	81.4	50+	98.5	98.8



또한 나일론/PU 혼방 편성물에 대한 자외선차단성 결과는 <Table 1-21>에 제시하였다. 자외선 차단율은 dull 색조를 발현한 20%(owf) 이상의 농도로 염색한 모든 직물의 자외선차단성이 모두 95% 이상의 우수한 결과를 나타내었으며, 자외선 차단지수 또한 20%(owf)의 염액 농도 이상부터는 최고등급인 50+을 나타내어서 우수한 자외선차단성을 발휘할 것으로 보인다. 다만 본 연구에서 이용한 나일론/PU 혼방 편성물은 미처리 시에도 자외선 차단율 90% 이상을 보여서, 염색한 나일론/PU 혼방 편성물의 자외선차단성이 비타민나무잎 열수추출물 염색의 효과라고 판단하기에는 한계가 있다.

Table 1-21. UV protection properties of dyed nylon/PU knit

PCCS tone	Dye conc. (% owf)	pH adjustment	UV protection factor		UV cut ratio (%)	
			UPF	Grade	UV-A (315~400nm)	UB-B (290~315nm)
-	Undyed	-	87.2	50+	96.4	99.1
d	20%	-	411.4	50+	99.7	99.8
	80%	pH 4	647.2	50+	99.8	99.8
	80%	-	622.5	50+	99.8	99.9
	20%	pH 3	764.1	50+	99.8	99.9
	20%	pH 4	579.4	50+	99.8	99.8

## 4. 결론 및 제언

본 연구는 비타민나무잎의 추출물을 활용한 새로운 피부건강기능성 의류소재를 발굴하기 위한 목적으로 비타민나무잎의 열수추출물의 성분 분석과 피부독성, 항산화성 및 항미생물성을 검토하였으며, 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물을 대상으로 염색온도, 염색시간, 염액농도, pH의 변인에 따라 염착성과 표면색, 염색견뢰도를 고찰함으로써 의류소재 별로 비타민나무잎 열수추출물의 최적염색조건을 제안하였다. 또한 염색직물의 항균성과 자외선차단성을 측정하여 염색직물의 피부건강 기능성을 검토하였다. 연구 결과는 다음과 같다.

첫째, 비타민나무잎 열수추출물은 자외선·가시광선 영역에서 246nm와 353nm의 흡광에서 피크가 나타났으며, 주성분은 FT-IR 스펙트럼에 의해 플라보노이드 화합물을 포함하는 것을 알 수 있었다.

둘째, 비타민나무잎 열수추출물의 피부 독성은 약 0.2 $\mu$ g/mL 미만의 농도에서 세포독성 측면에서 안전한 것으로 나타났으며, 0.005, 0.05, 0.5, 5, 50 $\mu$ g/mL의 모든 농도에서 DPPH radical 소거 항산화성이 나타났다. 또한 비타민나무잎 열수추출물의 총 폴리페놀 함량은 29.08mg/g 으로 확인되었다.

셋째, 비타민나무잎 열수추출물로 면 편성물을 염색시에 최적 염색조건은 온도 60 $^{\circ}$ C, 시간 60분으로 확인되었으며, pH 5-5.3의 약산성을 띠는 추출물은 pH3의 산성 염액에서 면 편성물에 대한 염착성이 최대화되는 경향을 보임으로써, 산성 조건에서 염색성이 더 우수해짐을 알 수 있었다. 비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물은 모든 염색 조건에서 YR(Yellow Red)과 Y(Yellow) 계열의 색상을 발현하였으며 대체로 저명도 저채도의 특성을 나타내어서 pH 조절을 포함하여 light, soft, dull의 색조를 발현하는 것으로 파악되었다. 한편 나일론/PU 혼방 편성물은 비타민나무잎 열수추출물에 대한 최적염색조건은 80 $^{\circ}$ C, 60분으로 규명되었으며, pH 4.16의 약산성에서 K/S 값이 14.109로 최대염착성을 나타내

었다. 모든 염색조건에서 염색한 나일론/PU 혼방 편성물은 YR(Yellow Red)과 Y(Yellow)의 계열의 색상을 발현하였으며 면 편성물과 마찬가지로 저명도 저채도의 색채이었으며, pH 조절을 포함하여 light, soft, dull의 색조를 발현하였다.

넷째, 비타민나무잎 열수추출물의 최적염색조건으로 light, soft, dull의 색조 별로 염색한 면 편성물의 염색 견뢰도를 고찰한 결과, 가장 염착성이 높은 pH 3 조건의 염색 직물이 다른 조건의 염색직물보다 다소 저조한 견뢰도를 보였으나, 대체로 모든 조건의 염색 직물의 세탁과 마찰, 땀 견뢰도가 4~5등급으로 우수하였다. 그러나 드라이클리닝견뢰도에서 변퇴색 2-3등급을 받았으며, 일광견뢰도는 2등급으로 저조하여서, 다른 천연염색 의류소재와 마찬가지로 일광견뢰도 개선을 위한 추후 연구가 모색되어야 할 것으로 사료되었다. 나일론/PU 혼방 편성물은 최적염색조건으로 dull의 색조를 대상으로 별로 염색 후 염색견뢰도를 평가한 결과, pH 3, 4로 조절한 경우를 포함한 모든 조건에서 견뢰도 항목 별로 4등급 이상의 우수한 견뢰도를 보여서, 면 편성물보다 다소 우수한 결과를 얻었다. 다만 일광견뢰도가 1등급에서 1-2등급의 저조한 결과를 보여서 면 편성물과 마찬가지로 개선의 필요가 있었다.

다섯째, 비타민나무잎 열수추출물로 염색한 면 편성물의 피부건강기능성을 타진하기 위하여 항미생물성을 평가한 결과, 면 편성물은 최적염색조건으로 10% (owf) 이상의 염액 농도에서 모두 황색포도상구균과 폐렴간균에 대하여 99.9% 이상의 탁월한 균감소율을 나타내어 적은 염액 농도에서도 항미생물성이 탁월한 것으로 사료되었다. 나일론/PU 혼방 편성물은 최적염색조건으로 염액농도 10% (owf) 이상의 모든 염액농도 조건에서 모두 황색포도상구균과 폐렴간균에 대한 균 감소율이 99.9% 이상의 탁월한 결과를 보여서 면 편성물과 마찬가지로 항미생물성이 매우 우수한 천연염색 의류소재로 판단되었다.

여섯째, 피부건강기능성으로서 자외선차단성을 평가한 결과, 면 편성물은 10%(owf) 이상의 농도로 염색한 모든 직물에서 자외선 차단율이 90% 이상의 우수한 결과를 나타내었으며, 80%(owf)의 농도 이상에서부터는 자외선 차단등급의

최고등급인 50+를 나타내어서 우수한 자외선차단성을 발휘하는 천연염색 의류소재로 판단되었다. 비타민나무잎 열수추출물로 염색한 나일론/PU 혼방 편성물에서 또한 20%(owf) 이상의 농도로 염색한 모든 직물의 자외선차단성이 모두 90% 이상이며 자외선 차단등급의 최고등급인 50+을 보여서 자외선차단성이 매우 우수하여, 피부건강기능성 의류소재로 활용될 수 있을 것으로 기대되었다. 다만 본 연구에서 이용한 나일론/PU 혼방 편성물은 미처리 시에도 자외선차단성이 90% 이상을 보여서, 비타민나무잎 열수추출물 염색의 효과로 판단하기에는 한계가 있다.

이상의 결과들은 피부에 밀착되는 대표적인 의류소재인 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물을 대상으로 비타민나무 잎의 열수추출물을 이용한 천연염색을 실시하여, 최적염색조건과 견뢰도를 확인하고, 우수한 향미생물성과 자외선 차단성의 피부건강 기능성을 규명함으로써, 천연추출물을 활용한 친환경·친인체성 피부건강기능성 의류소재로서의 기초 데이터를 제공하였다는 점에서 의의가 있다. 단 유효한 향미생물성이 발현되는 최소 염액 농도의 규명과 세탁에 따른 향미생물성의 발휘, 피부보습성 등 다양한 피부건강기능성에 대한 고찰이 후속연구로 이루어져야 할 것이다.

# 연구 2. 비타민나무 열매 정유의 마이크로캡슐 가공을 이용한 피부건강기능성 의류소재

## 1. 연구의 필요성 및 목적

### 1.1. 연구 배경 및 필요성

유해화학물질에 대한 경각심이 높아져 천연물질을 이용한 기능성 제품에 대한 관심이 증가되고 있다. 더불어 친환경, 생분해성, 항균성 등의 기능성을 가진 천연 물질과 생분해성 고분자를 융합한 기능성 나노섬유에 대한 연구도 광범위하게 이루어지고 있는 추세이다(Kang & Lee, 2019). 소비자 요구의 다양성과 함께 시장 경쟁력의 증가는 섬유 산업 분야에서 도전적인 환경을 만들었다. 이로 인해 인체 공학, 건강 및 안전을 향상시키는 새로운 특성을 가진 혁신적인 섬유 제품이 생산되었다. 기능성 섬유는 섬유 분야에서 새로운 제품 중 하나이자 활성 성분을 면, 양모, 견 또는 폴리에스테르와 같은 기존 직물에 포함 시키거나 새로운 재료 (나노 섬유 및 나노 복합재)를 제조하여 얻을 수 있다(Nelson, 2002; Carfagna & Persico, 2006). 직물의 혁신적인 기술은 다양한 전례 없는 기능을 가진 직물, 기능성 섬유의 가장 일반적인 응용 분야로는 상변화 물질, 방충제, 항균제, 향료, 염료 및 착색제, 피부 연화제 및 보습제, 일부 의약품 및 난연제가 보고되고 있다 (Specos et al., 2010). 기능성 섬유의 내구성 향상 및 수명 연장은 항상 이러한 유형의 섬유 제조업체에게 가장 어려운 사명 중 하나이다. 이는 이러한 섬유가 일회용이 아니므로 사용 후 세척해야한다는 사실 때문이다.

천연물의 향기를 객관적으로 분석하는 방법에는 gas chromatography(GC)와 gas chromatography-mass spectrometry(GC-MS)등이 대표적이거나, 실험에 앞선 복잡한 전처리로 인하여 휘발성인 향기의 일부 성분이 손실되기 쉬우며 분석 시 시간이 오래 소요되므로, 많은 양의 시료를 분석하기에 제한이 있다(Youn et al., 2011).

또한 천연 정유들의 미세한 휘발 성분 변화 정도를 판별하기가 어려움을 보고한 바 (Shin & Lee, 2003)가 있어서, 근래에 식품의 변질이나 화장품의 미세한 품질차이를 분석하는데 많이 활용되고 있는 전자코(electronic nose)의 역할 비중이 더욱 커질 것으로 여겨진다. 전자코의 기본적인 원리는 복잡한 향기 성분의 전기화학적 특성을 다중 센서 배열이 선택적으로 감지하여 측정된 데이터를 다양한 통계 기법을 이용하여 종합적인 패턴을 파악하는 것이다(Chung et al., 2008). 향기 정유를 함유한 마이크로캡슐로 처리한 섬유소재는 향기가 상대적으로 강하지 않으며, 마찰과 세탁을 포함한 작용 변인들에 의하여 미세한 차이를 유발할 수 있으므로, 마이크로캡슐에서 방출되는 향기의 미세한 휘발성분 변화를 판별하기 위해서는 전자코를 이용한 분석이 유용할 것으로 기대되었다.

비타민나무는 여러 기관, 특히 열매는 전통 의학에서 주로 몽골, 티베트, 중국 및 중동에서 많이 사용해왔으며 지질, 아스코르빈산, 타닌 등을 포함한 일련의 화합물을 함유하고 있다. 이 화합물은 화학적인 관점에서 뿐만 아니라 생물학적 특성 항종양, 궤양 보호 및 면역 조절 속성들 포함한 치료 활동을 포함한다. 이러한 효과 때문에, 생리활성 화합물을 함유한 비타민나무는 전통 의학에서 종종 사용되어왔다(Guliyev et al., 2004). 특히 비타민나무의 열매는 비타민C를 비롯해서 여러 생리활성 기능성 물질이 풍부하여 북아시아와 유럽을 중심으로 기능성 식품에 활발히 사용되어 왔는데, 최근 열매의 정유가 보유하고 있는 다양한 기능성에 대해 주목받고 있다.

천연물의 정유는 섬유패션소재에 적용되어서 직접 접촉하는 피부에 대해 항균, 보습, 항산화, 지방분해 등의 생리적 효능을 제공할 수 있는 동시에 고유의 천연향기로 섬유패션소재에 후각적인 감성을 부여할 수 있다. 그러나 바이오 기능성이 확인되어 화장품 기능성의 섬유 소재에 대하여 마찰과 세탁을 포함한 실제적인 제품 사용 변인을 적용하여 향기 방출 특성을 고찰한 연구는 아직 찾아보기 어렵다(Noh et al., 2016).

이에 본 연구에서는 비타민이 풍부하고 생리활성이 우수하다고 알려진 비타민나무 열매 정유를 마이크로캡슐화하고 이를 피부건강기능성 의류소재의 개발에 활용하기 위하여, 친환경 천연고분자인 키토산과 아라비아검을 벽물질로 하는 코아세르베이션 마이크로캡슐의 최적 제조 조건을 규명하고, 마이크로캡슐의 물리적 특성과 방출성을 전자코로 확인하며, 마이크로캡슐 가공 직물의 물리적 성질과 쾌적성, 그리고 피

부건강기능성인 항미생물성을 평가함으로써, 새로운 피부건강기능성 발효 마이크로 캡슐을 가공처리한 식물 소재를 개발하고자 한다.

## 1.2. 이론적 배경

### 1.2.1. 비타민나무 열매 정유의 특성과 활용

비타민나무의 열매는 식물 왕국에서 가장 영양가가 높은 과일 중의 하나이며 부드럽고 수분이 많고 기름이 풍부하며, 잘 익은 열매는 연한 다육질의 바깥쪽 조직으로 둘러싸인 하나의 씨앗으로 구성되어 있다. 씨앗은 암갈색이며 광택이 있고 타원형이고 크기는 2.8 ~ 4.2mm 있으며, 열매 1kg에 7,407 ~ 7,913개의 열매가 포함될 수 있으며 주황색 열매는 최대 9.0mm, 노랑색 열매는 7.6mm, 적색 열매는 최소 6.2mm의 평균 크기를 가지고 있어 그 크기가 다양함을 알 수 있다(Kaushal & Sharma, 2012). 비타민나무의 열매의 맛은 고유의 맛을 가지고 독특한 시큼한 맛과 단맛이 우월하고, 향은 특유의 오묘한 향을 가지고 있다. 지난 60년 동안 열매의 품종 개량이 지속적으로 수행되어 왔다. 열매는 너무 산성이어서 일반적으로 입맛에 맞지 않지만 주스, 젤리, 마멀레이드, 소스 및 리큐어를 만들기도 한다(Kim et al., 2010).

구소련에서는 비타민나무의 열매가 190종류 이상의 생리활성 물질을 함유하고 있으며, 이 중 지용성 비타민 6종, 지방산 22종, 지질 42종, 플라보노이드 및 페놀 36종이 있다고 보고되었다(Mingyu et al., 1991). 비타민나무의 화학적 및 식물학적 조성이 수년간 검토되었으며, 열매의 생리활성 성분의 성숙도, 열매 크기, 기원, 기후, 지리적 위치 및 추출 방법에 따라 그 조성이 다양하다는 것이 발견되었는데, 구체적으로 잘 익은 열매는 비타민 (A, C, E, K) 및 유기산의 예외적으로 높은 함량의 원천으로 보고되어있다(Saggu et al., 2007). 열매에는 탄수화물, 단백질, 유기산 및 ascorbic acid가 풍부하고 재배 지역에 따라 차이가 있으나, 일반적으로 열매 100g 당 최고 2,500mg의 ascorbic acid가 함유되어 있다(Bernath & Foldesi, 1992). 또한 비타민나무의 열매에는 globulin, albumin과 같은 단백질과 linoleic acids,

linolenic acids와 같은 지방산의 함유량이 풍부하게 함유되었다(Yang & Kallio 2002)는 비타민나무 열매가 면역 기능을 향상시킬 수 있는 폴리페놀, 토코페롤, 플라보노이드와 카로티노이드 같은 항산화성 물질이 풍부하고 심혈관질환의 특정 위험 인자를 억제 할 수 있다고 보고되어있다(Ting et al., 2011). 비타민나무의 열매에는 오렌지보다 약 14배 많이 양의 비타민 C가 함유되어 있으며 비타민 C의 양은 식물의 다양성과 지리적 위치에 따라 조절되어있다. 유럽의 해안 지역에서 자라는 비타민나무는 신선한 과일에 120 ~ 15mg의 비타민 C를 함유 있지만 알프스에서 자라는 것은 405 ~ 100mg까지 함유하고 있다(Koskovac et al., 2017).

이에 압착법으로 얻은 비타민나무 열매 정유의 각종 균에 대한 항균성과 피부자극성을 고찰하고, 이를 함유한 마이크로캡슐의 제조 기술과 항균성을 비롯하여 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐로 가공처리한 다양한 섬유소재의 쾌적성, 방출되는 향기를 객관적으로 분석하고 가공 소재 및 의류를 착용한 소비자의 쾌적성을 예측하고 설명할 수 있는 모델을 제안하여야 한다.

### 1.2.2. 마이크로캡슐 가공 기술

마이크로캡슐화 기술은 오래 지속되는 특성 및 부가가치를 갖는 텍스타일을 제공하는 것으로 알려져 있다(Hassan & Sunderland 2015; Aracil et al., 2015). 이 공정은 활성 성분을 하나 이상의 중합체 물질로 코팅하여 크기 범위가 1 $\mu$ m 내지 1000 $\mu$ m 인 마이크로캡슐을 형성하는 것을 포함한다. 이 마이크로캡슐은 후가공법으로 직물에 부착 처리되어 새로운 특성과 부가가치를 가진 제품을 만들어진다. 실제로, 각각의 마이크로캡슐은 pH, 기계적 인자, 온도 또는 확산과 같은 특정 조건에서 유리 될 수 있는 활성 성분의 미세 저장소로서 작용한다. 따라서 마이크로캡슐화 공정은 활성 물질의 방출을 제어 할 수 있고, 열, 산소 및 빛과 같은 주변 환경 조건으로부터의 보호해준다(Hwang, 2007). 이러한 공정은 이들 직물에 혼입 된 기능성 성분의 효과의 내구성 및 긴 지속성을 현저히 증가시킨다.

섬유에 기능성을 부여하기 위해서는 방사공정에서 기능성 물질을 원사에 혼입하는 방법, 기능성 물질을 섬유에 도포하는 후처리 방법, 기능성 물질을 마이크로캡슐화하여 섬유 부착하는 방법이 있다(Ryu, 2021). 첫 번째 방법은 사용하는 섬유나 기능성 물질의 종류가 제한적이고, 두 번째 방법은 기능성 물질이 불안정하거나 내구성을 기



대하기 어렵다. 그러나 마지막 방법처럼 기능성 물질을 마이크로캡슐화하여 섬유에 부착시킨다면 내구성 저하 문제를 개선하면서 기능성을 가진 소재 개발이 가능한데, 특히 이러한 방식은 적용할 수 있는 섬유 범위가 광범위하며 실용적이다.

섬유공학 및 의류산업 분야에서도 이러한 경향이 대두되어, 단순히 신체보호의 기능 뿐 아니라 보다 새롭고 특이하며 인간의 다양한 욕구를 충족시키기 위한 고기능성 섬유의 발전이 이루어지고 있다(Im, 2000). 최근에는 소재 또는 제품 자체가 패션·텍스타일과 화장품의 융합 형태가 선보이고 있는데, 대표적인 사례가 코스메틱 텍스타일(Cosmetic textile)이다(Sarmandakh & Yi 2020). 섬유제조 또는 염색가공 공정에서 적용할 수 있는 화장품 기능성 물질을 담지한 마이크로캡슐이나 담지체의 제조와 이를 혼입한 섬유 및 후처리 원단, 성능평가, 상품 디자인이 핵심 기술이다. 마이크로캡슐의 주된 기능은 심물질이라 불리는 내용물을 외부환경으로부터 보호하는 것과 내용물을 외부에 방출하는 시기 및 속도, 장소 등을 조절하는 것이다. 이러한 기능 때문에 마이크로캡슐화에 관한 연구는 현재 의료 및 의약 분야에서 특히 발전해 있고, 향료, 화장품, 식품, 농약, 비료, 접착제, 세제 등의 분야에 널리 이용되고 있다(Im, 2000). 또한 화장품 섬유라는 새로운 용어는 미세 캡슐화(micro-encapsulation)등의 다양한 기술을 통해 화장품과 섬유 산업이 융합된 결과이며, 이제 섬유 산업에서 새로운 목표 그룹과 지속가능한 시장을 개척하고 있다. 인간의 피부에 보습 효과를 주는 섬유군을 보습용 화장품 섬유라고 한다(Son et al., 2014). 그리고 화장품 섬유분야에서는 안전성과 내구성을 향상시키기 위해 향료, 상변화물질, 향균제와 같은 핵심 소재 또는 기능성 소재를 포함하는 마이크로캡슐화 기술이 적용되고 있다. 또한 코스메틱 기능성을 위한 마이크로캡슐은 대상 소재의 용도와 목적에 따라 제조 특성과 가공 방법이 차별적으로 적용되어야 한다. 기술적인 측면에서 보면 화장품은 물리학, 화학, 생물학, 생리학, 약학 등의 기초과학과 응용기술이 복합적으로 접목된 산업이며, 인체의 아름다움을 목적으로 하는 예술적인 산업이다(Min, 2004). 21세기에 접어들어 환경과 건강에 대한 관심이 고조되면서 웰빙(Well-being)의 열풍이 전 세계를 강타하고 있으며 국내·외 모든 생활용품에 있어서 자연친화적 제품의 선호도가 최고조에 달하고 있다(Hwang, 2009).

그러나 직물 적용을 목적으로 하는 상업적으로 이용이 가능한 마이크로캡슐은 대부분은 멜라민-포름알데히드, 우레아-포름알데히드 또는 페놀-포름알데히드 수

지로 제조된다. 이러한 중합체는 우수한 열 안정성으로 인해 더 널리 받아들여지고 있는데, 환경과 인간 건강에 심각한 위협이 있다. 이는 재활용이 불가능한 열경화성 폴리머인 포름알데히드의 발암성 및 독성으로 인한 것이다(Hwang, 2009). 따라서 안전하고 환경 친화적인 물질로 이러한 수지를 대체하는 것이 매우 중요해졌다(Hebeish et al., 2011). 생체 적합성 및 생분해성 폴리머, 알기네이트, 아라비아검, 젤라틴, 키토산 및 시클로덱스트린과 같은 알기네이트는 최근에 상기 언급된 독성 중합체에 대한 유망한 대안이 되고, 친환경적이고 풍부하며 인체 건강에 안전한 것으로 알려져 있다(Bagre et al., 2013).

목화와 같은 천연 유래 식물은 합성 섬유보다 침습성 미생물에 의한 콜로니화에 더 취약한 것으로 알려져 있었다(Hebeish et al., 2011). 이것은 습도, 영양분 및 산소를 보유하는 경향이 있는 친수성 및 다공성 성분이 높기 때문에 실제로 다음과 같이 간주한다. 따라서 이들 미생물은 불쾌한 냄새, 질병의 전염 및 일부 개인의 알레르기 반응을 일으킨다. 또한, 색 저하, 탄성 손실 및 인장 강도, 염색 및 인쇄 공정과의 간섭 측면에서 식물의 열화를 유발한다(Kim, 2009). 이에 식물에 항균성 첨가제를 제공함으로써 이러한 바람직하지 않은 효과를 방지하는 것이 중요하다. 이에 비타민나무 열매 정유와 같은

마이크로캡슐의 제조를 위한 벽재 물질은 보통 심물질과 화학반응을 일으키지 않고 독성이 없는 고분자 중에서 주로 선택되며, 이러한 고분자들은 심물질의 방출을 위한 적절한 분자량, 유리전이 온도, 분자구조를 가지고 있어야 하고, 마이크로캡슐의 분해를 위한 팽윤성과 용해성이 요구된다. 그리고 심물질로는 원하는 기능을 가진 어떠한 액체나 고체라도 사용 가능하며, 캡슐화된 심물질은 벽재 물질에 의하여 외부와의 직접적인 접촉이 차단됨으로써 적용 안정성을 증가시킬 수 있다(Hwang, 2007). 마이크로캡슐은 습도, 공기, 열, 빛 및 pH 변화에 대한 노출과 같은 주변 환경의 다양한 불리한 조건으로부터 활성제를 보호하여, 또한 휘발성이 높은 활성제의 빠른 증발을 방지하고 방출 속도를 제어하는데 도움이 된다(Shin & Choi 2018). 마이크로캡슐의 제조에 사용되는 다양한 기술이 있다. 그것들은 화학적 방법, 물리-화학적 방법 및 물리-기계적 방법인 세 가지 주요 범주로 분류될 수 있다. in-situ 중합법이 방법에서, 마이크로캡슐의 벽 재료는 분산된 코어 재료 및 연속 상으로 형성된 에멀전에 첨가된 단량체의 중합으로 인해 화학적으로 생성

된다(Kim & Song 2000). 이어서, 연속 상층에서 연속 상과 비혼 화성 코어 물질 사이의 계면에서 중합이 시작된다. 공정초기에 저 분자량의 프리폴리머가 형성되고 시간이 지남에 따라 성장하여 연속 상과 코어 물질 사이의 계면에 쌓여 고체 셸을 생성한다. 물리-기계적 방법에 의한 마이크로캡슐의 스프레이 건조 방법이 방법에서 분무 건조는 활성제 및 코팅 물질의 용액 또는 현탁액을 가열된 건조 기체로 분무하여 물을 빠르게 증발시켜 건조된 마이크로캡슐을 남긴다. 그런 다음 분무 건조기의 수집 챔버에서 지속적으로 배출하여 마이크로캡슐을 얻는다. 공기의 초기 온도는 일반적으로 150-220°C이며, 증발이 빠르게 일어나도록 한다. 분무 건조 기술은 열에 대한 짧은 노출 시간으로 인해 불안정하고 열에 민감한 물질을 캡슐화하는데 적합하며 일반적으로 몇 초를 넘지 않는다(Martins, 2012; Su et al., 2006). 이 방법은 형태의 작은 마이크로캡슐을 생성하는데 매우 미세한 분말(10-50 $\mu$ m) 또는 직경이 2-3mm인 입자들 있다(Martins, 2012). 수용성이 낮은 셸 물질 (나트륨 카세인산염, 유청 단백질, 카르복시 메틸 셀룰로스 및 아라비아검)을 사용하면 사용되는 물의 양을 증가시킬 필요가 있기 때문에 공정이 비싸므로 증발에 더 많은 시간이 필요하다(Lee et al., 2013). 코아세르베이션 중합법이 방법에서 코아세르베이션은 초기 균질 폴리머 용액을 두 단계로 분리하는 것에 기초한다. 코아세르베이션이라는 단어의 기원은 힙을 의미하는 라틴어 "acervus"에서 파생된다(Kim, 2017). 코아세르베이션에 의한 미세 캡슐화는 활성 물질의 제어된 방출과 높은 캡슐화 효율을 제공한다. 전자는 셸 재료로 단일 폴리머를 사용하여 수행되는 반면, 후자는 두 개의 반대로 하전된 폴리머의 상호 작용에 의해 발생한다(EI Asbahani et al., 2015). 코아세르베이션 중합법은 단순 코아세르베이션, 복합 코아세르베이션 중합법 2가지 방법의 기술이 있다.

이에 본 연구에서는 친환경적이고 인체친화성을 갖춘 키토산과 아라비아검으로 마이크로캡슐을 제작하기 위하여 코아세르베이션 기법을 활용하고, 새로운 천연 정유를 담지하는 마이크로캡슐 제조 기술과 섬유소재 가공 기술 및 기능성을 단계적으로 탐색하여, 비타민나무 열매 정유를 함유한 피부건강기능성 마이크로캡슐과 이로 가공처리한 기능성 섬유소재의 발굴을 시도하고자 한다.

Table 2-1. Previous works of microcapsules and microcapsule-treated textiles (continued on next page)

Author and year	Main content
Baysal, et al. (2013)	키토산/알기산염 하이드로겔 캡슐, 적외선(FT-IR), 열량계(DSC), SEM표면관찰
Butstraen, C., & Salaün, F. (2014)	트리글리세리드 혼합물을 함유한 아라비아검 키토산 캡슐, 15분, 11.000rpm
Udakhe, et al. (2014)	Eucalyptus, lavender, and citronella 정유 캡슐, 양모직물의 캡슐 가공처리, 정유의 GC-MS분석, 세탁 전·후 향 방출성
Sannapamma, et al. (2018)	Vetiver 정유의 캡슐, 면 편성물의 캡슐 가공처리, GC-MS, FT-IR, TGA, SEM 표면관찰, 향균성, 세탁 횟수 0, 5, 10, 15, 20 향균성
Ghaheh, et al. (2017)	면직물에 비타민E( $\alpha$ -tocopherol)를 함유한 나노입자를 패드 큐어법으로 코팅함, 코팅된 직물의 항산화 활성, SEM표면관찰, FT-IR, 세탁견뢰도, 공기투과도, 수분회복, 방출성
Li, et al. (2013)	Moxa 정유, 젤라틴 아라비아검을 벽 재료로 캡슐 제조, 면직물의 캡슐 가공처리, SEM 표면관찰, UV-vis spectrum, 공기투과도, 세탁 횟수의 SEM 표면관찰
Pati, et al. (2011)	인산염 함량을 함유하는 키토산-TPP, pH가 다른 STPP의 캡슐, FT-IR, X선 XRD, DSC, TGA
Fan, et al. (2015)	이중 셀 폴리우레탄 키토산 캡슐, 면직물의 가공처리, 광변색성, SEM표면관찰, FT-IR, TGA
Sarışık, et al. (2013)	분무건조 방법을 사용, diclofenac sodium 캡슐, 양모, 아크릴, 폴리에스터, SEM표면관찰, FT-IR, DSC, X선 XRD 연구, 세탁 횟수에 SEM표면관찰, 공기투과도, 방출성
Wijesirigunawardana, P. B., & Perera, B. G. K. (2018)	Lime 정유의 키토산과 아라비아검 복합 캡슐, 항산화, 면직물의 가공처리, 향균성, 세탁횟수에 향균성, UV-vis spectrum, FT-IR, SEM 표면관찰, 세탁 횟수에 SEM 표면관찰

Table 2-1. (continued from previous page)

Author and year	Main content
Ghosh, S., & Chipot, N. (2015)	100% 면, 50:50의 면/폴리에스터 직물, 아로마테라피 에센셜 Eucalyptus, Lemon, Lavender 정유, 세탁의 향기 강도, 파괴 강도, 마모로 인한 체중 감소, 내열성, 투습성
Stan, et al. (2019)	Rose and Sage 캡슐, 100% 면, 50:50의 면/폴리에스터 직물 가공처리, 세포 생존력 분석, 세탁 전 후 SEM표면관찰, 공기투과도, 투습성
Geethadevi, R., & Maheshwari, V. (2013)	Palmarosa, Petitgrain, Tea tree, Thyme, Lavender 정유의 향균성, Thyme 정유는 대나무와 텐셀 직물의 향균성
Shin, et al. (2017)	아로마 에센션 오일을 함유한 멜라민 포르말데히드 캡슐, 염색된 면직물의 캡슐 가공처리, GC-MS의 객관적 평가 세탁 전 후 분석, 처리된 직물의 주관적 평가, 직물의 강연도, 공기투과도, 세탁견뢰도
Ebru, et al. (2016)	키토산과 파라핀 코어를 가진 PCM을 함유하는 복합 캡슐, 열량계(DSC), 열중량(TGA)분석, FT-IR, 현미경, 세탁 전 후 SEM표면관찰
Mwangi, et al. (2016)	Carrier 정유, 벽제 키토산, 경화제(STPP) 사용 캡슐, FT-IR, pH의 형성, 정유의 방출성
Son, et al. (2014)	면 편성물의 비타민 E의 캡슐의 가공처리, 인디고로 염색한 후 캡슐 가공처리, 세탁 횟수에 SEM표면관찰, 강연도, 공기투과도, 캡슐 가공한 직물의 방출성, 처리된 직물의 염색견뢰도
Monllor, et al. (2010)	벽 재료는 멜라민 포르말린이, 페퍼민트 향이 함유한 캡슐, 면직물의 가공처리, 세탁 횟수에 향기 강도, 세탁 횟수의 SEM표면관찰, 3가지 pick-up(93.08, 84.15, 95.71%) 가공처리
Rodrigues, et al. (2008)	Limonene 정유 함유하는 폴리우레탄 우레아 캡슐, FT-IR, SEM표면관찰, 현미경, GC-FID분석

Table 2-1. (continued from previous page)

Authors and year	Main contents
Lee, A. R., & Yi, E. (2013)	Citrus unshiu 정유의 캡슐, 면과 라이오셀 편성물의 가공처리, SEM표면관찰, Kawabata(KES)평가, 시간 경과에 따른 방출거동은 세탁 반복에 따라 평가, 항균성
Azizi, et al. (2014)	Neroline 향을 코어 물질로, 폴리우레탄을 벽물질로 함유한 캡슐, 캡슐의 현미경, 폴리아미드 섬유 가공처리, 캡슐 및 식물의 세탁 전 후 SEM표면관찰, FT-IR, 가공처리한 식물의 방출성
Julaeha, et al. (2021)	Lime 정유, alginate and gelatin의 캡슐, 면식물의 가공처리 항균성, 캡슐화 효율, 정유 함량 평가, FT-IR, TGA, 세탁 전 후 SEM표면관찰, 정유 및 Lime 정유 함유한 캡슐의 방출거동
Özyildiz, et al. (2013)	Ozonated red pepper seed 정유 및 Red pepper 정유의 캡슐 벽재물질 젤라틴과 아라비아검 복잡한 캡슐, 부식포를 항생제 내성 미생물에 대한 항균성, FT-IR, 현미경, SEM표면관찰
Liu, et al. (2015)	Cologne 정유의 나노캡슐, 캡슐의 FT-IR, UV/vis spectrum, TGA, 현미경, 처리된 식물의 세탁 후 방출성, 면직물 가공처리 SEM표면관찰
Yang, et al. (2014)	바닐린과 키토산 캡슐, 면식물의 가공처리, FT-IR, TGA, X선(XRD), 방출성, 세탁견뢰도 평가
Hu, et al. (2012)	Osmanthus 향기 로딩 키토산 나노 입자 (OF-NPs)는 복잡한 코아세르베이션 캡슐, TEM, TGA, SEM표면관찰, FT-IR, GC-MS분석
Cheng, et al. (2010)	면식물의 가공처리, 2가지 바인더 사용, pick-up(%) - 70%, FT-IR, 세탁 전 후 SEM표면관찰, 향기 방출성, 공기투과도
Monllor, et al. (2009)	면식물의 가공처리, SEM표면관찰, DSC, TGA, FT-IR

Table 2-1. (continued from previous page)

Authors and year	Main contents
Nam, et al. (2013)	poly(vinyl alcohol) (PVA, 87-89%)의 캡슐 제조, PDMS 분석, SEM표면관찰, UV-vis spectrum
Ryu, S. J., & Bae, H. (2021)	바질 정유, 벽재료 카토산 사용, GC-MS분석, FT-IR, 캡슐 방출성, SEM표면관찰
Sayed, U., & Sharma, R. (2019)	Nanoemulsions 제조, 가공처리한 식물의 향균성
Yang, et al. (2014)	Popp-sedd 저유, 벽재료로 아라비아고무, 젤라틴, SEM 표면관찰, FT-IR, DSC, TGA, X선(XRD), 캡슐화 효율 (EE), 로딩 용량(LC)
Sato, et al. (2014)	Ucalyptus Oil 함유하는 캡슐 제조, (W/O/W), (W/O), HPMC분석, SEM표면관찰
Sharkawy, et al. (2017)	리모넬과 바닐린, 벽재료 아라비아고무 키토산, 캡슐 제조, 면직물 가공, SEM표면관찰, FT-IR, 방출성, 향균성
Shin et al., (2005)	Eicosane을 함유하는 멜라민 포름알데히드 캡슐, 폴리에스터 편직물 가공, Add-on값, SEM표면관찰, KES(kawabata), 투습성, 공기투과도
Shin et al., (2005)	Eicosane을 함유하는 멜라민 포름알데히드 캡슐, 폴리에스터 편직물 가공, FT-IR, SEM표면관찰, TGA, 세탁 견뢰도
Yang, et al. (2014)	바닐린과 키토산 캡슐, 면직물의 가공처리, FT-IR, TGA, X선(XRD), 방출성, 세탁견뢰도 평가
Hu, et al. (2012)	Osmanthus 향기 로딩 키토산 나노 입자 (OF-NPs)는 복잡한 코아세르베이션 캡슐, TEM, TGA, SEM 표면관찰, FT-IR, GC-MS분석
Cheng, et al. (2010)	면직물의 가공처리, 2가지 바인더 사용, pick-up(%) - 70%, FT-IR, 세탁 전 후 SEM 표면관찰, 향기 방출성, 공기투과도
Monllor, et al. (2009)	면직물의 가공처리, SEM 표면관찰, DSC, TGA, FT-IR

Table 2-2. Previous works of volatile properties of oil and other natural stuff using electronic nose (continued on next page)

Author and year	Main content
Kishimoto, N. (2018)	병든 올리브과 버진 올리브 2가지 정유의 전자코 분석, 병든 과일의 기름에서 발견된 12가지 냄새 피크는 버진 올리브 정유에서 발견된 것보다 훨씬 더 높았다
Cojocar, G. A., & Antoce, A. O. (2019)	Feteasca regala 품종의 화이트 와인에 대한 휘발성 프로필이 결정, 발효 또는 병에 보관하는 동안의 와인 향
Wiśniewska, et al. (2016)	24개의 생주류 샘플, 33개의 보드카 샘플, 8개의 위스키 샘플 세트를 fast GC e-nose로 분석, 4가지 다른 화학 측정법을 기반으로 한 전자코 분석
Kishimoto, N., & Kashiwagi, A. (2019)	버진 올리브 정유의 감염된 과일의 기름에 오염되었음을 나타낼 수 있기 때문에 전자코 분석, Alpha MOS의 AroChemBase 라이브러리를 사용하여 피크는 감염된 과일의 기름 냄새와 관련된 화합물에 대부분 해당하는 것으로 확인, 올리브 오일의 알려지지 않은 성분
Lubinska-Szczygeł, et al. (2018)	Citrus 9 aurantifolia, Citrus japonica 및 Citrus 9 floridana 3가지 감귤류의 헤드스페이스는 초고속 가스 크로마토그래피 및 질량 분석기를 사용한 가스 크로마토그래피 기반 전자 코를 사용하여 분석, 분석은 PCA, DFA, SIMCA, SQC 사용함
Shin, J. A., & Lee, K. T. (2003)	참기름과 옥수수기름 혼합하여 전자코를 이용하여 분석, SPME/GC-MS 분석
Yoon, et al. (2020)	메주의 제조는 대원콩 사용, 발효의 전자코를 이용한 휘발성분 패턴 분석, 전자혀를 이용한 맛 패턴 분석
Hwang, et al. (2016)	전자코를 이용하여 심비디움(Cymbidium)꽃이 향기 강도 및 분포패턴 분석, 6개의 향기 구성됨, 분석은 PCA, DFA를 사용함
Baek, et al. (2020)	가시파래 분말의 향기 분석, GC-MS분석, 전자코 이용한 PCA와 Radar plot 분석



Table 2-2. (continued from previous page)

Authors and year	Main contents
Jo, et al. (2016)	한국, 중국, 일본, 미국산 시판 사과식초의 관능적 품질 비교 분석, SPME/GC-MS를 이용한 휘발성분 분석, 전자코, 맛 분석, PCA, Different 분석
Hong, et al. (2021)	회향 향기 분석, GC/MSD, 전자코를 이용한 분석, 맛 분석, PCA
Melucci, et al. (2016)	“100% Italian” and “non-100% Italian” 정유의 전자코의 분석
Youn, et al. (2011)	머스크멜론의 휘발성 향기성분 전자코를 이용함, Mass spectrum 분석, DFA 분석 사용함
Chung, et al. (2008)	14개의 우유 샘플의 관능적 특성 분석, 전자코 분석과 묘사분석의 상관성 연구에서는 유당 분해유에 특징적인 향미였던 단맛과 생크림 향미는 sensor 2와 강한 양의 상관관계를 보였고, 휘발성 황화합물을 감지할 수 있는 sensor 1은 익은 우유 향미와 양의 상관관계를 사용한 분석

### 1.3. 연구 목표

본 연구의 구체적인 목표는 다음과 같다.

첫째, 비타민나무 열매 정유의 세포독성과 향미생물성을 검토함으로써 피부건강기능성 마이크로캡슐화를 위한 기초 고찰을 수행한다.

둘째, 키토산-아라비아검을 벽물질로 이용하여 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐을 개발하기 위하여 표면반응분석법을 이용하여 최적의 입도크기와 입도분포, 수율을 얻을 수 있는 최적화 제조조건을 규명한다.

셋째, 최적화조건으로 제조한 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐로 면 편성물과 나일론/PU혼방 편성물을 각각 가공처리하여, 전자코를 이용하여 마이크로캡슐 가공 직물의 정유 방출 특성을 파악한다.

넷째, 비타민나무 열매 정유 함유 마이크로캡슐로 가공처리한 면 편성물과 나일론/PU혼방 편성물의 향미생물성을 고찰함으로써, 비타민나무 열매 정유를 활용한 피부건강기능성 의류소재를 탐색하고자 한다.

## 2. 재료 및 연구방법

### 2.1. 재료

#### 2.1.1 직물

마이크로캡슐 가공을 위한 직물 소재로서 시판 중인 면 편성물 및 나일론/PU 혼방 편성물 원단을 선정하였으며, <Table 2-3>에 특성을 제시하였다.

Table 2-3. Characteristics of specimens

Specimens	Fabric	Weave	Weight (g/m <sup>2</sup> )	Thickness (mm)	Fabric count (warp×weft/in <sup>2</sup> )
C	Cotton	Single jersey	165.60	0.53	75×100
N	Nylon/PU (88/12)	Tricot	179.60	0.52	67×98

#### 2.1.2. 비타민나무 열매 정유

비타민나무 열매 정유는 몽골 중앙도 서부 지역에서 자라는 비타민나무 열매에서 압착추출한 천연 100% 원액 제품(Us-Erdene, Mongolia)을 구입하여 사용하였으며, <Fig. 2-1>은 실험에 사용한 비타민나무 열매 정유 제품이다.



Fig. 2-1. Photo of Sea Buckthorn oil

### 2.1.3. 마이크로캡슐 재료 및 시약

코아세르베이션 마이크로캡슐의 외벽을 이루는 Ch-AG(Chitosan-Arabic gum)를 합성하기 위해, Chitosan(CAS RN 9012-76-4; TOKYO CHEMICAL INDUSTRY CO.,LTD)과 Arabic gum(CAS No. 9000-01-5; Junsei Chemical Co.,Ltd)을 사용하였다. 마이크로캡슐 제조 시 pH를 조절하기 위해 L(+)-Tartaric acid(CAS No. 87-69-4;  $C_4H_6O_6$ ; Junsei Chemical Co.,Ltd)을 사용하였으며, 경화제로는 Sodium Tripolyphosphate(CAS No. 7758-29-4;  $Na_5O_{10}P_3$ ; Sigma-Aldrich, Inc)와 비이온계면활성제인 Tween80(CAS No. 9005-65-6; Tween 80, Polysorbata 80, Sigma-Aldrich, Inc)을 사용하였다. 또한 키토산의 용해에는 사용된 acetic acid(CAS No. 64-19-7;  $CH_3COOH$ ; DAEJUNG CHEMICALS & METALS CO.,LTD)를, 마이크로캡슐의 세척 및 방출 실험에는 n-hexane 85%(CAS No. 110-5-3;  $C_6H_{14}$ ; DAEJUNG CHEMICALS & METALS CO.,LTD)와 ethanol 94.5%(CAS No 64-17-5;  $C_2H_5OH$ ; DAEJUNG CHEMICALS & METALS CO.,LTD)의 1급 시료를 사용하였다. 제조한 마이크로캡슐을 직물에 가공하기 위해 폴리우레탄계의 섬유용 바인더(UT-88, polyurethane dispersion, UniTech Industry Co.,Ltd, Korea)를 구매하여 사용하였다.

## 2.2. 실험방법

### 2.2.1. 비타민나무 열매 정유의 특성 분석

#### 1) 적외선분광기 스펙트럼 (FT-IR) 측정

비타민나무 열매 정유를 함유하는 코아세르베이션 마이크로캡슐의 제조를 확인하고 구성 성분을 확인하기 위하여 푸리에 변환 적외선분광기(FT-IR Frontier, PerkinElmer, UK)를 이용하여 KBr 법으로  $600\sim 4000\text{cm}^{-1}$ 의 범위에서 FT-IR 변환 스펙트럼을 구하였다.

## 2) Gas chromatograph-Mass spectrometer 분석

비타민나무 열매 정유의 향기 성분은 GC(7890A, Network GC system, Agilent Technoliges, Palo Alto, USA)와 검출기로 mass/mass spectrometer(5975C Network MSD with Triple-Axis Detector, Agilent Technoliges, Palo Alto, USA)를 사용하였다. GC 컬럼은 극성 고정상의 DB-5MS(30m×0.25mm×0.25μm)를 사용하였으며, 컬럼 온도 40°C에서 5분간 유지한 후 10°C/min로 250°C까지 올린 후 5분 동안 250°C를 유지하였다. 1.0mL/min 가량의 헬륨을 캐리어 가스로 사용하였으며, 이온화전압은 70 eV, 그리고 분석할 분자량의 범위는 30-500m/z로 하였다. 시료의 주입량은 1μL로 250°C에서 10:1의 Split ratio로 진행하였다. 분석 조건은 <Table 2-4>와 같다.

Table 2-4. Analysis conditions of GC-MS

Model	Agilent 7890A GC, Agilent 5975C MS
Column	DB-5MS 30m×0.25mm×0.25μm
Injection Volume	1μL
Flow	1.0mL/min (Helium constant flow)
Inlet Temp	250°C
Split Ratio	10:1
Temp program	Isothermal for 5min at 40°C Then 10°C/min from 40°C to 250°C 5min at 250°C
Scan range	30 ~ 500 m/z
Electron Energy	70ev

## 2.2.2. 비타민나무 열매 정유의 피부건강기능성 평가

### 1) 피부 독성

비타민나무 열매 정유의 피부 독성 평가는 연구 I의 비타민나무잎 열수추출물의 피부 독성 평가에서와 동일한 방법으로 실시하였다. 즉, MTT((3-(4,5-dimethylthiazole-2-yl)-2,5-diphenyl-tetrazolium bromide) 방법을 이용하였으며, 10% FBS가 포함된 DMEM 배지에 1% penicillin-streptomycin을 첨가하고 HaCaT(human keratinocyte cell)를 37°C, 5% CO<sub>2</sub>의 조건에서 배양하였다. 배양된 HaCaT 세포를 1×10<sup>4</sup> cell/well의 96well plate에 분주하고 비타민나무 열매 정유를 농도별로 처리하고 24시간 배양하였다. 그 후 배지를 제거하고 시료를 PBS(Phosphate buffer saline)로 세척한 뒤 각 well에 MTT 용액(5mg/mL)을 첨가하고 25분 동안 반응시켰다. 그 후 배양액을 제거하고 생성된 formazan 결정을 DMSO에 용해시켜 ELISA reader를 이용하여 570nm에서 흡광도를 측정하였다.

### 2) 항미생물성

비타민나무 열매 정유의 in-vitro 항미생물성 평가는 연구 I의 비타민나무잎 열수추출물의 항미생물성 평가와 동일한 방법으로 실시하였다. KS K 0693:2016(Korean Agency for Technology and Standards, KATS)의 섬유 원단을 대상으로 하는 실험방법을 이용하여 정량적 균 감소율(reduction rates in no. of colonies)을 구하였다. 시험균종 그람음성지정균인 황색포도상구균(*Staphylococcus aureus* ATCC 6538)과 폐렴간균(*Klebsiella pneumoniae* ATCC 4352)을 사용하였다. 실험 원단의 무게와 동일한 양의 비타민나무 열매 정유를 실험 원단에 도포하였으며, 대조편과 시험편에 각각 시험균을 배양하여 18시간 뒤 각각의 생균수를 측정하여 아래의 공식(1)에 따라 정량적 정균감소율을 계산하였다.

$$\text{Antibacterial rate (\%)} = \frac{M_b - M_c}{M_c} \times 100 \quad \text{Eq. (1)}$$

where,  $M_b$ : The number of bacteria recovered from the inoculated control specimen incubated for 18 hours

$M_c$ : The number of bacteria recovered from the inoculated treated test specimen incubated for 18 hours

### 2.2.3. 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐 제조 최적화

#### 1) 반응표면 실험계획법

비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐 제조 최적화 조건을 규명하기 위하여 반응표면분석(response surface analysis)을 이용하였다. 반응표면분석은 여러 개의 독립변수(실험변수)  $x_1, x_2, \dots, x_k$  가 종속변수(반응변수)  $\eta$ 에 영향을 줄 때, 이러한 반응의 변화가 이루는 반응표면에 대한 통계적인 분석방법이다. 일반적으로 반응표면분석을 통해 독립변수들( $x_1, x_2, \dots, x_k$ )과 반응변수( $\eta$ ) 간의 함수관계를 데이터로부터 추정하는데, 독립변수들의 값 변화에 따른 반응(반응변수의 값)의 변동성을 예측하여 독립변수들의 어떠한 값에서 반응 양이 최적화(optimize) 될 것인가를 찾아낸다. 독립변수( $x_1, x_2, \dots, x_k$ )와 반응변수( $\eta$ )간의 관계를 함수  $f$ 로 나타내면 공식(2)와 같다.

$$\eta = f(x_1, x_2, \dots, x_k) \quad \text{Eq. (2)}$$

새로 정의된 독립변수에 의한 1차 회귀 모형을 공식(3)과 같이 나타낼 수 있다.

$$\eta = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k \quad \text{Eq. (3)}$$

최소 제곱법에 의하면 적합된 반응표면은 공식(4)과 같이 나타낼 수 있다.

$$\frac{\partial y}{\partial x} = \frac{\partial}{\partial x} (\beta_0 + x'b + x'Bx) = b + 2Bx \quad \text{Eq. (4)}$$

where,  $y$  = response

$x_i$  or  $j$  = input factors that influence the response  $y$

$\beta_i$  or  $j$  = coefficients

$\epsilon$  = random error

만약 독립변수의 수가 3으로  $k = 3$ 인 경우에 다음 식(5)과 같이 나타낼 수 있다.

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{33} x_3^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 \quad \text{Eq. (5)}$$

위의 공식(5)를 행렬을 이용하여 간략히 바꾸어 쓰면 공식(6)과 같다.

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} x_i x_j + \epsilon \quad \text{Eq. (6)}$$

$y$ 를  $x$ 로 미분하면

$$y = \beta_0 + (x_1, x_2) \begin{bmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \end{bmatrix} + (x_1, x_2) \begin{bmatrix} \beta_{11} & \beta_{12}/2 \\ \beta_{12}/2 & \beta_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \end{bmatrix} = \beta_0 + x'b + x'Bx \quad \text{Eq. (7)}$$

$x_0$ 를 정상점이라고 부르며 이는 공식(8)에 의해 구할 수 있다.

$$x_0 = -B^{-1}b/2 \quad \text{Eq. (8)}$$

이 정상점은 적합된 2차 반응표면에서 다음의 세 가지 중 하나가 된다.

- (1)  $y$ 가 최대가 되는  $x$ 의 점
- (2)  $y$ 가 최소가 되는  $x$ 의 점
- (3)  $y$ 가 최대도 아니고 최소도 아닌  $x$ 의 안부점

위 세 가지 경우에 대해 두 개의 독립변수를 기준으로  $y$ 의 등고선표면에서 흥미영역을 그린다. 그리고 반응표면분석법은 반응표면에 대한 적절한 통계적 모형을



가정하고, 독립변수의 여러 조건에서 실험을 수행하여 자료를 얻은 후 회귀분석을 통하여 반응표면을 추정한다. 최종적으로 반응변수를 최대(소)화하는 독립변수의 수준조합을 찾아내어 제품 및 공정의 최적화를 꾀할 수 있다. 박스-벤켄법 설계의 실험점은 2개의 인자만 상자점인  $2^2(\pm 1, \pm 1)$  수준에서 실험을 하고 나머지 인자는 중앙값인 0으로 고정한다. 2개의 인자는 박스-벤켄법 설계가 모든 인자들에 대해서 균형을 맞추기 위하여 실험에 고려된 k개의 인자들 중에서 2개를 선택하는 모든 조합으로 결정되고,  $n_c$ 개의 중앙점이 추가되어, 총 실험의 크기는  $4 \times k(k-1)/2 + n_c$ 이다.

## 2) 마이크로캡슐 제조 최적화의 실험설계

반응표면 모형식을 추정할 수 있는 실험계획법 중 박스-벤켄법을 이용하여 비타민나무 열매 정유를 함유하는 코아세르베이션 마이크로캡슐의 최적화를 위한 실험 설계를 하였다. 마이크로캡슐 제조의 독립요인으로 제조 용액에서 비타민나무 열매 정유의 혼합 비율(wt%), 유화제인 비이온계면활성제 Tween80의 혼합 비율(wt%), 교반속도(rpm), 교반지속 시간(min)을 주요 변수로 하여 각각  $X_1, X_2, X_3, X_4$ 의 독립변수( $X_n$ )로 하고, -1, 0, +1의 3단계로 부호화하여 단계별로 독립변수의 실험 수치를 결정하였다(<Table 2-5>). 코아세르베이션 마이크로캡슐의 품질 특성으로 예상되는 수율(%), 입도평균  $D[4,3]$ , 입도분포(Span)를 종속변수로 하였다. 4가지 독립변수의 영향을 검토하기 위하여 BBD(Balanced Block Design)로 설계된 27가지의 실험 조건을 수립하였으며, <Table 2-6>와 같이 마이크로캡슐 제조의 27개 실험점이 형성되었다.

Table 2-5. Factors and limits for the Box-Behnken experimental design

Factors	Unit	Low limits ( - 1)	Center points (0)	High limits ( + 1)
X <sub>1</sub> : Sea Buckthorn oil	wt%	4.48	4.69	4.90
X <sub>2</sub> : Tween 80	wt%	4.35	4.50	4.65
X <sub>3</sub> : Stirring speed	rpm	9,000	10,000	11,000
X <sub>4</sub> : Stirring duration	min	1	3	5

Table 2-6. Experimental design matrix and coded values on experimental runs and microcapsulation process values by Box-Behnken design

Run no	Coded variables				Process variables			
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>
1	+1	+1	-1	-1	4.90	4.65	9,000	1
2	0	+1	0	0	4.69	4.65	10,000	3
3	-1	-1	-1	+1	4.48	4.35	9,000	5
4	+1	0	0	0	4.90	4.50	10,000	3
5	-1	-1	-1	-1	4.48	4.35	9,000	1
6	-1	+1	-1	-1	4.48	4.65	9,000	1
7	0	0	0	0	4.69	4.50	10,000	3
8	0	0	+1	0	4.69	4.50	11,000	3
9	-1	0	0	0	4.48	4.50	10,000	3
10	-1	+1	+1	-1	4.48	4.65	11,000	1
11	0	-1	0	0	4.69	4.35	10,000	3
12	-1	-1	+1	+1	4.48	4.35	11,000	5
13	0	0	0	0	4.69	4.50	10,000	3
14	+1	-1	-1	+1	4.90	4.35	9,000	5
15	0	0	0	0	4.69	4.50	10,000	3
16	-1	+1	-1	+1	4.48	4.65	9,000	5
17	+1	-1	+1	-1	4.90	4.35	11,000	1
18	-1	+1	+1	+1	4.48	4.65	11,000	5
19	+1	+1	+1	+1	4.90	4.65	11,000	5
20	+1	-1	-1	-1	4.90	4.35	9,000	1
21	+1	+1	+1	-1	4.90	4.65	11,000	1
22	0	0	0	+1	4.69	4.50	10,000	5
23	-1	-1	+1	-1	4.48	4.35	11,000	1
24	0	0	-1	0	4.69	4.50	9,000	3
25	+1	-1	+1	+1	4.90	4.35	11,000	5
26	+1	+1	-1	+1	4.90	4.65	9,000	5
27	0	0	0	-1	4.69	4.50	10,000	1

X<sub>1</sub>: Sea-Buckthorn oil (wt%), X<sub>2</sub>: Tween 80 (wt%), X<sub>3</sub>: Stirring speed (rpm), X<sub>4</sub>: Stirring duration (min) and coded level.

### 3) 통계분석

실험 자료의 분석 및 최적화는 Minitab 16(Minitab Inc., Statistical Software)을 사용하였다. 실험계획에서 설정한 얻어진 27가지 조건에 따라 마이크로캡슐 제조 실험을 실시한 후에 자료를 잘 설명하는 적절한 모형을 결정하였다. Canonical 모형의 수치 최적화(numerical optimization)와 모형적 최적화(graphical optimization)를 통해 최적화를 위한 비타민나무 열매 정유의 혼합 비율, 비이온계 면활성제 Tween80의 혼합 비율, 교반속도, 교반지속 시간을 설정하였고, 그때의 지점을 예측(point prediction)을 통해 최적점으로 설정하였다. 수치 최적화는 Canonical 모형을 기준으로 하는 모델의 계수에 각각의 반응(코아세르베이션 마이크로캡슐 수율, 입자평균 D[4,3], 입도분포의 변화) 중 평가의 최고점을 목표 범위(goal area)로 설정하였다. 수치 최적화를 통해 제시된 최적점(solution) 중에서 적합도(desirability)를 구하고 가장 높은 적합도를 나타내는 최적점을 채택하였다. 실험에서 설정한 독립변수가 종속변수에 미치는 영향을 알아보기 위하여 각 독립변수의 값이 실험 영역에서 감소 또는 증가할 때, 반응의 영향을 설명해주는 Perturbation Plot과 Response Surface 3D Graph를 이용하였다. 통계적 유의성 검증은 ANOVA에 의해서 분석한 후,  $p < 0.05$  수준에서 검정하였다.

#### 2.2.4. 마이크로캡슐의 제조 방법과 특성

##### 1) 코아세르베이션 마이크로캡슐의 제조

비타민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐은 다음의 4단계 공정을 이용하여 코아세르베이션 기법으로 제조하였다.

첫 번째, 마이크로캡슐 벽물질로 바이오폴리머인 키토산과 아라비아검을 사용하였으며, 용해하였다. 0.1N 아세트산에 키토산을 용해시키고 15시간 동안 상온에서 자기 교반하여 1%(w/v) 키토산 용액을 제조하였다. 2%(w/v) 아라비아검 용액은 증류수에 아라비아검을 용해시키서 50°C에서 2시간 동안 교반하여 제조하였다.

두 번째 단계에서는 바이오폴리머 용액(키토산 용액 50ml와 아라비아검 용액 50ml)을 함께 혼합한 다음, 실험계획법에 의하여 4.35g, 4.50g, 4.65g의 유화제(Tween 80)를 각각 첨가하였다.

세 번째 단계에서는 바이오폴리머 키토산, 아라비아검, 유화제를 혼합하여 제조된 용액에, 실험계획법에 의해 4.48g, 4.69g, 4.90g의 비타민나무 열매 정유를 각각 첨가하고, 균질기(homogenizer T.K Mark II 2.5, Japan)를 이용하여 50°C에서 실험계획법의 교반시간(1/3/5min)과 교반속도(9,000/10,000/11,000rpm)로 교반하여 O/W 에멀션을 형성시켰다. 제조한 O/W 에멀션을 반응기(laboratory reactor)와 디지털교반기(BESTIR DIGITAL SYSTEM, PL-SS41D, Techno Lab-system, POONG LIM. CO., Korea)를 이용하여 400rpm로 50°C에서 30분 동안 교반한 후 냉각기(Circulation Bath Refrigerated, MaXircu CL-12, DAIHAN Scientific Co.,Ltd. Korea)로 50°C에서 10°C까지 서서히 냉각시켰다.

마지막 단계는 증류수에 경화제인 0.5%(w/v) 트리폴리인산나트륨(Sodium Tripolyphosphate)을 첨가한 pH 10.23의 용액에 0.2M 주석산(L+)-Tartaric acid)을 추가 첨가하여 pH 5.27로 조정하고, 이를 마이크로캡슐 용액에 4ml 첨가하고 400rpm에서 3시간 동안 교반하여 마이크로캡슐을 경화시켰다.

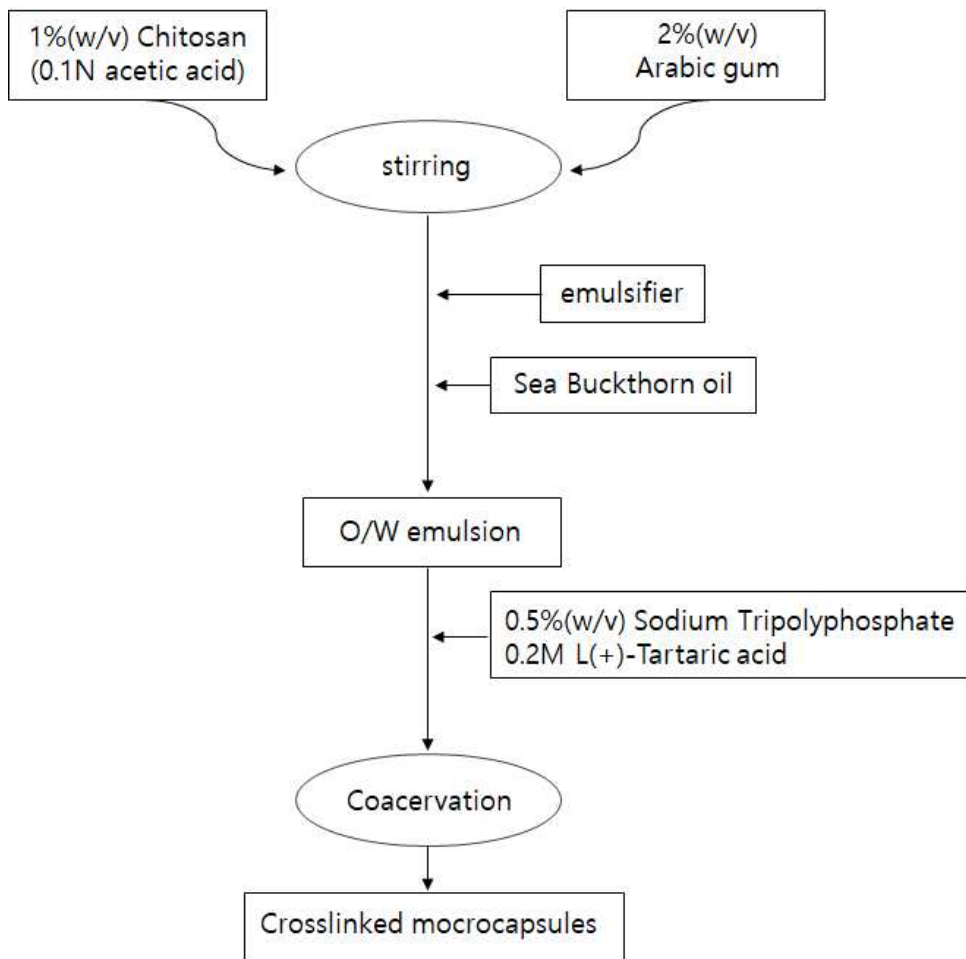


Fig. 2-2. A schematic representation of the microcapsulation process

## 2) 현미경 관찰

비타민나무 열매 정유를 함유하는 코아세르베이션 마이크로캡슐의 형태를 관찰하기 위해 디지털 현미경(Biological Microscope, JSD-131D/JSD-410)을 사용하여  $\times 1000$ 배율로 측정하였다.

## 3) FE-SEM을 이용한 표면관찰

코아세르베이션 마이크로캡슐의 슬러리를 건조시킨 상태에서 장방출주사전자현미경(TESCAN, MIRA3, Czech)을 이용하여 마이크로캡슐의 외관 이미지를 촬영하였다. 시료를 stub에 고정시키고 스퍼터 코터 (Pt) 진공증착기로 약 5~10mm 두께로 코팅하여 전처리된 시료의 표면을  $\times 1000$ 배율로 관찰하였다.

## 4) 마이크로캡슐의 수율

비타민나무 열매 정유를 함유하는 코아세르베이션 마이크로캡슐의 수율을 알아보기 위해 마이크로캡슐 20g과 n-hexane 200ml 넣고 혼합하여 셰이킹인큐베이터(HB-201SLI, HANBAEK SCIENTIFIC CO., Korea)에서 22°C, 100rpm으로 15분 동안 교반하여 마이크로캡슐의 불순물을 걸렀다. 이후 원심분리기(BECKMAN COULTER, Allegra X-15R, beckman.kr)를 이용하여 22°C에서 3500rpm으로 15분간 원심분리하였다. 그리고 상층액을 채취하고 수득한 현탁액을 증발시키기 위하여 건조기를 이용하여 50°C에서 24시간 건조하여 무게를 측정하였다. 코아세르베이션 마이크로캡슐 수율은 다음의 공식(9)로 구하였다.

$$MY (\%) = W_m / W_t \times 100 \quad \text{Eq. (9)}$$

where, MY : the percentage yield

$W_m$  : the value in grams of final dry mass

$W_t$  : the value in grams of the initial mass (chitosan mass + arabic gum mass + oil mass).

## 5) 입도평균 D[4,3] 및 입도분포 분석

비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3] 및 입도분포를 알아보기 위하여 입도분석기(Malvern Mastersizer 2000, Malvern Instrument Ltd., Worcestershire, UK)를 사용하여 레이저 회절법으로 입도분석하였다. 약 1ml의 마이크로캡슐을 1000rpm의 펌프 속도(Hydro 2000MU)로 분산 시스템의 수조에 직접 현탁하여 15-20%의 반투명도에 도달하였다. 이 때 코아세르베이션 마이크로캡슐의 굴절률은 1.38-1.39의 범위였다. 입도평균은 D[4,3]를 기준으로 다음과 같이 DeBrouckere를 이용한 평균 직경을 측정하였다.

$$D[4,3] = \frac{\sum_{i=1}^N n_i d_i^4}{\sum_{i=1}^N n_i d_i^3} \quad \text{Eq. (10)}$$

$d_i$  : the droplet diameter

$N$  ; the total number of droplets

$n_i$  : the number of droplets having a diameter  $d_i$ .

입도분포를 의미하는 Span 값은 입자 크기의 분포가 균일하여 편차가 적을수록 작은 값을 가지며, 공식(9)에 의하여 계산하였다.

$$\text{Span} = \frac{D[v, 0.9] - D[v, 0.1]}{D[v, 0.5]} \quad \text{Eq. (11)}$$

where, D[v,0.9] : 90th percentiles

D[v,0.1] : 10th percentiles

D[v,0.5] : the median.



## 6) 정유의 흡광도

비타민나무 열매 정유를 함유하는 코아세르베이션 마이크로캡슐의 방출거동을 평가하기 전에 비타민나무 열매 정유의 흡광도를 측정하였다. 자외선·가시광선 분광광도계(UV-Vis Spectrophotometer, Lambda365, PerkinElmer, USA)를 이용하여 비타민나무 열매 정유를 n-hexane 85%에 농도별로 용해하여 준비하고 이를 직사각 형태의 길이 10mm, 용량 3.5mL의 매크로 셀에 넣어 200~800nm의 파장 범위에서 흡광도를 측정하고 표준 검량선을 작성하였다.

## 7) 방출거동

코아세르베이션 마이크로캡슐의 방출거동을 알아보기 위해 먼저 원심분리기(BECKMAN COULTER, Allegra X-15R, beckman.kr)를 이용하여 22°C에서 3.500rpm으로 15분 동안 증류수로 마이크로캡슐을 2회 세척하여 표면 정유를 제거 후 건조하였다. 그 다음 삼각플라스크에 0.1g의 건조된 마이크로캡슐을 넣고 100ml의 n-hexane을 첨가하여 37°C로 유지된 셰이킹인큐베이터(HB-201SLI, HANBAEK SCIENTIFIC CO., Korea)에 넣고 150rpm으로 교반하였다. 그리고 0, 2, 4, 6, 8, 24, 48, 72 시간마다 용액의 8ml을 채취하여, 용액의 불용성 물질을 제거하기 위하여 원심분리기(BECKMAN COULTER, Allegra X-15R, beckman.kr)에서 22°C, 3.500rpm의 조건으로 15분 동안 원심분리기 하였다. 원심분리하여 얻은 용액의 흡광도는 자외선·가시광선 분광광도계(UV/Vis Spectrophotometer, Lambda365, PerkinElmer, USA)를 이용하여 200~800nm의 파장범위에서 측정하였다.

## 8) 열적 특성

온도 변화에 따라 코아세르베이션 마이크로캡슐의 외벽이 파괴되면 심물질(비타민나무 열매 정유)이 밖으로 나와 마이크로캡슐 전체의 질량 손실이 생기는 원리를 이용하여, 마이크로캡슐의 열적 특성을 평가하였다. TGA (Thermo Gravimetric

Analysis, TA INSTRUMENTS, USA)를 사용하여 질소 분위기 하에서 20°C/min의 승온 속도로 25~900°C 범위로 승온시켜 마이크로캡슐의 질량 변화를 측정하였다.

## 2.2.5. 마이크로캡슐을 이용한 직물 가공

### 1) 가공 방법

마이크로캡슐의 직물 가공은 마이크로캡슐과 바인더로 이루어진 가공액을 준비하여 침지법(Bath Immersion Method, BIM)과 스크린 프린팅법(Screen Printing Method, SPM)의 2가지 가공 방법을 이용하였다. 마이크로캡슐 - 바인더 농도의 조합은 예비실험 결과를 기준으로 면 편성물의 경우에는 20-7%, 30-7%, 40-10%, 50-10%, 60-10%(owf)의 총 5가지 조합, 나일론/PU 혼방 편성물의 경우에는 20-10%, 30-10%, 40-15%, 50-15%, 60-15%의 총 5가지 조합으로 실시하였다. 침지법(BIM)의 직물 가공은 욕비 1:20으로 준비된 상온의 가공액에 시료를 10분간 침지 후 실험실용 패딩 망글을 사용하여 여분의 가공액을 제거하였으며, 이 때 픽업(wet pickup)은 공식 (12)에 의해 면 편성물이 300%, 나일론/PU 혼방 편성물이 200%가 되도록 하였다.

$$\text{Wet pickup \% (w/w)} = \frac{\text{mass(wet fabric)} - \text{mass(dried fabric)}}{\text{mass(dried fabric)}} \times 100 \quad \text{Eq. (12)}$$

where, mass(dried fabric) : the sample mass before the impregnation

mass(wet fabric) : the sample mass after the foulard step

그 후 실험실용 건조기(DRY OVEN WINNER, KOREA SCIENCE CO.,LTD)를 이용하여 시료를 80°C에서 10분간 건조하고 130°C에서 5분간 큐어링한 후에 수세하여 실온에서 건조하였다.

한편 스크린 프린팅법(SPM)에 의한 직물 가공은 마이크로캡슐과 바인더를 혼합한 가공액을 시판 실크스크린 판 위에 올려놓은 직물 시료 위에 도포하고 스퀴즈로 압력과 각도를 일정하게 유지하며 코팅한 후에 침지법(BIM)에서와 동일한 조건으로 건조와 큐어링을 실시하였다.

## 2) 부가량

코아세르베이션 마이크로캡슐로 가공한 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물의 부가량을 확인하기 위해 20cm×30cm 크기의 건조된 직물을 항온항습기(WTH-E155, Daihan Sci., Koera)에 넣고, 온도 20°C, 습도 60% R.H의 조건으로 24시간 동안 방치한 후의 무게를 측정하였다. 마이크로캡슐 가공처리 전·후의 중량을 각각 측정하여 다음 공식(13)에 따라 부가량을 산출하였다.

$$\text{Add-on (\%)} = (W_1 - W_0) / W_0 \times 100 (\%) \quad \text{Eq. (13)}$$

where,  $W_0$  : the fabric weight of the sample before treatment  
 $W_1$  : the weight of the sample after treatment.

## 3) FE-SEM을 이용한 표면관찰

장방출주사전자현미경(TESCAN, MIRA3, Czech)을 이용하여 마이크로캡슐로 가공한 직물 시료의 외관 이미지를 촬영하였다. 시료를 stub에 고정시키고 스퍼터 코터 (Pt) 진공증착기로 약 5~10mm 두께로 코팅하여 전처리한 시료의 표면을 ×1000배율로 외관을 관찰하였다.

## 2.2.6. 마이크로캡슐 가공 직물의 물리적 성질과 쾌적성

### 1) 전자코를 이용한 정유 방출성능

코아세르베이션 마이크로캡슐 정유의 방출성과 향기성분을 분석하기 위하여 전자코(Electronic Nose, HERACLES-II-E-NOSE, alpha-mos, Toulouse, France)를 이용하였다. 비타민나무 열매 정유를 함유한 코아세르베이션 마이크로캡슐로 가공한 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물을 각각 3cm×15cm의 크기로 준비하고 이를 마찰 견뢰도용 시험기인 CROCK METER(HS-119, HEUNG SHIN TESTER, Korea)에 장착하여 10회 왕복 마찰시킴으로써 마이크로캡슐의 벽물질 파괴와 이에 따른 심물질 정유의 방출을 유도하여 그 직후에 전자코 시험용 20mL Headspace vial에 시료를 넣고 밀봉하였다. 이를 전자코에 장착하고 <Table 2-7>의 분석조건으로 시료 당 5회 반복 측정하였다. 전자코(e-nose)는 초고속 크로마토그래피 기술을 기반으로 하며, 극성이 다른 두 개의 금속 column(비극성: MXT-5 / 약한 극성: MXT-1701)이 병렬로 장착되어 한 번의 시료 주입으로 동시에 두 개의 FID(Flame ionization detector)를 통한 두 개의 raw data인 크로마토그램을 얻을 수 있다. 본 연구에서 데이터 분석은 Kovats index법을 이용하여 크로마토그램의 peak RT를 보정한 RI(Retention index)가 구축되어있는 AroChembase를 사용하여 해당 peak로부터 유추 가능한 성분들을 비교하였다.

Table 2-7. Electronic Nose condition for analyzing aromatic compounds

Model	HERACLES-II-E-NOSE (alpha-mos, Toulouse, France)
Head space generation	90°C, 10min, 350rpm
Injection volume	2500μL
Column oven	50°C, 5 s → 100°C, 20 s (3°C/s) → 200°C 20 s (3°C/s) → 250°C, 20 s (3°C/s)
Acquisition duration	132 s
Trap temperature	40°C

## 2) 강연도

마이크로캡슐로 가공한 직물의 강연도는 Cantilever법(KS K 0539)에 의해 강연도 시험기(HEUNG SHIN TESTER, Korea)를 이용하여 각 시료를 5회 측정, 평균값을 산출하여 다음 공식(14)에 따라 드레이프 강연도 C와 플렉스 굴곡 강연도 E를 계산하였다.

$$C(\text{cm}) = D/2, E(\text{cm}\cdot\text{g}) = C^3 \times W \quad \text{Eq. (14)}$$

where, C: Drape Stiffness

D: Length of sample along the inclined surface (cm)

E: Flex Stiffness

W: Weight of sample( $\text{g}/\text{cm}^2$ )

## 3) 투습성

코아세르베이션 마이크로캡슐로 가공한 직물의 투습성은 증발법(KS K 0594)을 이용하여 투습율(%)로 평가하였다. 투습컵에 상단으로부터 1cm 아래까지 40°C의 증류수를 채우고 10×10cm<sup>2</sup> 크기의 시료로 덮은 후에 수분이 시료 이외의 곳으로 확산되지 않도록 고무 밴드로 단단히 죄어 시험체로 하고 무게(W<sub>0</sub>)를 측정하였다. 시료로 덮은 투습컵의 증발 전 무게(W<sub>0</sub>)와 40±2°C, 습도 50±5%의 항온항습기에 24시간 동안 방치한 후의 무게(W<sub>1</sub>)를 각각 측정하고 그 차이 값을 A로 하였다. 시료를 덮지 않고 증류수만을 넣은 투습컵도 준비하여 항온항습기에 함께 방치하여 증발 전후의 무게를 측정하여 그 차이 값을 B로 하였다. 시료의 투습율(%)은 다음 공식(15)에 따라 값을 구하였다.

$$\text{Water-vapor Permeability (\%)} = A/B \times 100 (\%) \quad \text{Eq. (15)}$$

where, A: Evaporation amount when the sample is covered (g)

B: Evaporation amount when the sample is not covered (g)

#### 4) 공기투과도

공기투과도는 KS K ISO 9237법에 의해 Fx 3300(TEXTEST, Swiss) 계측기를 사용하여 측정하였다. 시료는 30cm×30cm<sup>2</sup>의 크기로 3개씩 준비하고, 공기압력 100pa을 공기투과면적 20cm<sup>2</sup>에 가한 후 일정 시간(min) 안에 통과한 공기의 양 (cm<sup>3</sup>)을 측정하여 아래 공식(16)으로 공기투과도를 계산하였다.

$$\text{Air permeability (cm}^3\text{/min/cm}^2\text{)} = Q/A \times 167 \quad \text{Eq. (16)}$$

where, Q: arithmetic average of air flow(cm<sup>3</sup>/min)  
A: area of specimen(cm<sup>2</sup>)  
167: conversion constant

#### 2.2.7. 마이크로캡슐 가공 직물의 피부건강기능성

##### 1) 항미생물성

마이크로캡슐 가공 직물의 항미생물성은 코아세르베이션 마이크로캡슐에서 방출되는 비타민나무 열매 정유에 의해 발휘된다고 가정하였으므로, 실험 직전에 위생장갑으로 직물 시료를 비벼서 마찰에 의해 코아세르베이션 마이크로캡슐이 파괴되어 비타민나무 열매 정유가 방출되도록 유도하였다. 항미생물성 평가 방법은 열매 정유에서와 동일하게 KS K 0693:2016(Korean Agency for Technology and Standards, KATS)를 이용하여 정량적 균 감소율(reduction rates in no. of colonies)을 구하였다. 시험균종 그람음성지정균인 황색포도상구균 (*Staphylococcus aureus* ATCC 6538)과 폐렴간균(*Klebsiella pneumoniae* ATCC 4352)을 사용하였다. 실험 원단의 무게와 동일한 양의 비타민나무 열매 정유를 실험 원단에 도포하였으며, 대조편과 시험편에 각각 시험균을 배양하여 18시간 뒤 각각의 생균수를 측정하여 아래의 공식(17)에 따라 정량적 정균감소율을 계산하였다.

$$\text{Antibacterial rate (\%)} = \frac{M_b - M_c}{M_c} \times 100 \quad \text{Eq. (17)}$$

where,  $M_b$ : The number of bacteria recovered from the inoculated control specimen incubated for 18 hours

$M_c$ : The number of bacteria recovered from the inoculated treated test specimen incubated for 18 hours

### 3. 연구결과 및 고찰

#### 3.1 비타민나무 열매 정유의 특성과 피부건강기능성

##### 3.1.1. 성분특성

###### 1) 적외선 흡수 스펙트럼 (FT-IR)

마이크로캡슐의 합성을 확인하기 위해 심물질인 비타민나무 열매 정유의 FT-IR 분석을 수행하였다. 그 결과는 <Fig. 2-3>와 같이 IR 스펙트럼에서 지방족 포화 탄화수소인 알칸 화합물의 -C-H에 의한 대칭적인 신축 진동 흡수 피크가  $3006.74\text{cm}^{-1}$ ,  $2922.45\text{cm}^{-1}$  및  $2853.32\text{cm}^{-1}$ 에서 각각 나타나있음을 알 수 있었다. 카르복실기의 -C=O는 비교적 높은  $1743.58\text{cm}^{-1}$ 에서 나타나는데, 비하여 -C-H의 굽힘 진동에 의한 피크가  $1459.39\text{cm}^{-1}$  및  $1377.29\text{cm}^{-1}$ 영역에서 나타났다. 에테르 화합물의 C-O 신축 진동 피크는  $1300\sim 1000\text{cm}^{-1}$ 에서 나타났다. 구체적으로 C-O 신축 흡수 피크가  $1236.18\text{cm}^{-1}$ ,  $1160.50\text{cm}^{-1}$ ,  $1117.30\text{cm}^{-1}$  및  $1097.80\text{cm}^{-1}$ 에서 모두 4개로 나타났다.

###### 2) Gas chromatography-Mass spectrometer 분석

비타민나무 열매 정유의 향기성분을 GC-MS와 GC-FID을 사용하여 분석한 크로마토그램은 <Fig. 2-4>과 같다. 주요 향기 성분은 retention time 12.968min, 23.767min, 23.891min, 24.091min, 25.675min에서 각각 검출되었으며, 이들 5개 향기의 구체적인 성분 결과는 <Table 2-8>에 제시하였다. 주요 화합물은 분지 또는 정상 사슬 지방족 알코올과 산의 에스테르였으며, 구체적으로 Butanoic acid, 2-methyl-, 3-methylbutyl ester(91.6%)와 Palmitic acid 그룹 포화지방산의 n-Hexadecanoic acid (92.2%), Palmitoleic acid 그룹 불포화지방산의 Ethyl 9-hexadecenoate (96.4%), Hexadecanoic acid, ethyl ester (97.8%), Linoleic



acid ethyl ester (97.3%)로 나타났다. 이 5가지 화합물의 상대적인 비율(총 피크 면적의 백분율로 표시)은 비타민나무 열매 정유 샘플에서 발견되는 모든 휘발성 화합물의 90% 이상을 차지했으며 선행연구(Socaci et al, 2013)와 유사한 결과임을 알 수 있었다. 또한 <Fig. 2-5>~<Fig. 2-9>은 비타민나무 열매 정유에서 나타난 주요 향기성분 별로 실제 시료와 비교 가능한 표준물질들의 Mass spectra 결과로서, 비타민나무 열매 정유의 주요 향기성분들과 일치함을 확인할 수 있었다.

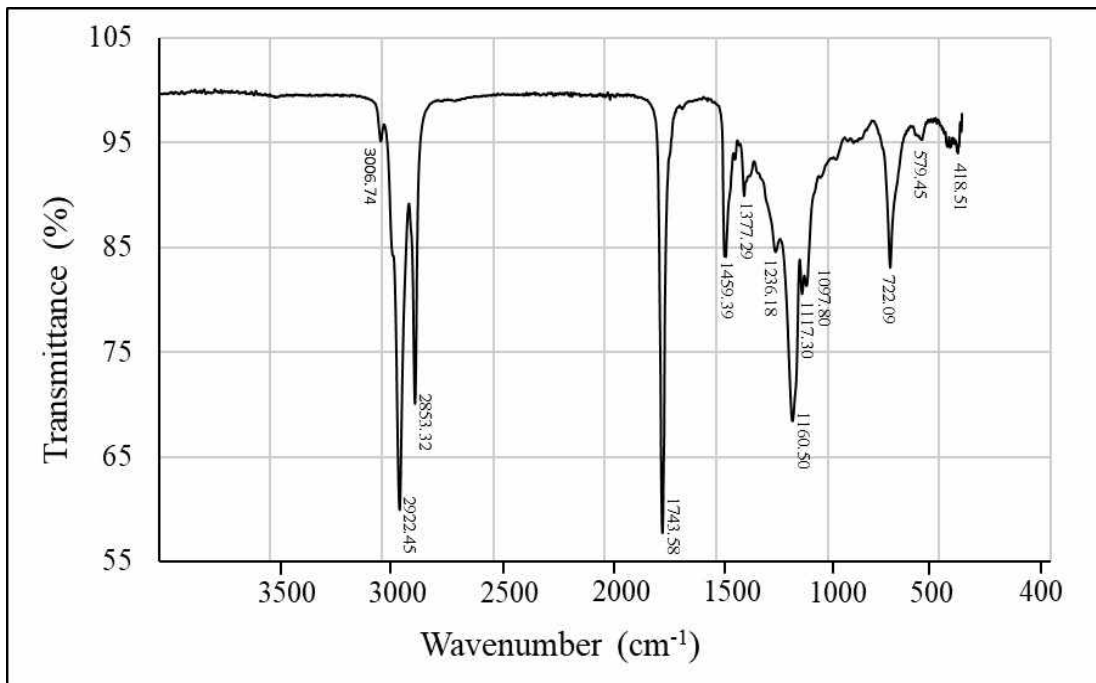


Fig. 2-3. FT-IR spectrum of Sea Buckthorn oil

Table 2-8. Volatile compounds of Sea Buckthorn oil by GC-MS

Run no	RT (min)	Volatile compounds	RMF (%)	Area (%)	CAS number
1	12.968	Butanoic acid, 2-methyl-, 3-methylbutyl ester	91.6	1.690	27625-35-0
2	23.767	n-Hexadecanoic acid	92.2	6.274	57-10-3
3	23.891	Ethyl 9-hexadecenoate	96.4	33.144	54546-22-4
4	24.091	Hexadecanoic acid, ethyl ester	97.8	41.202	628-97-7
5	25.675	Linoleic acid ethyl ester	97.3	17.690	544-35-4

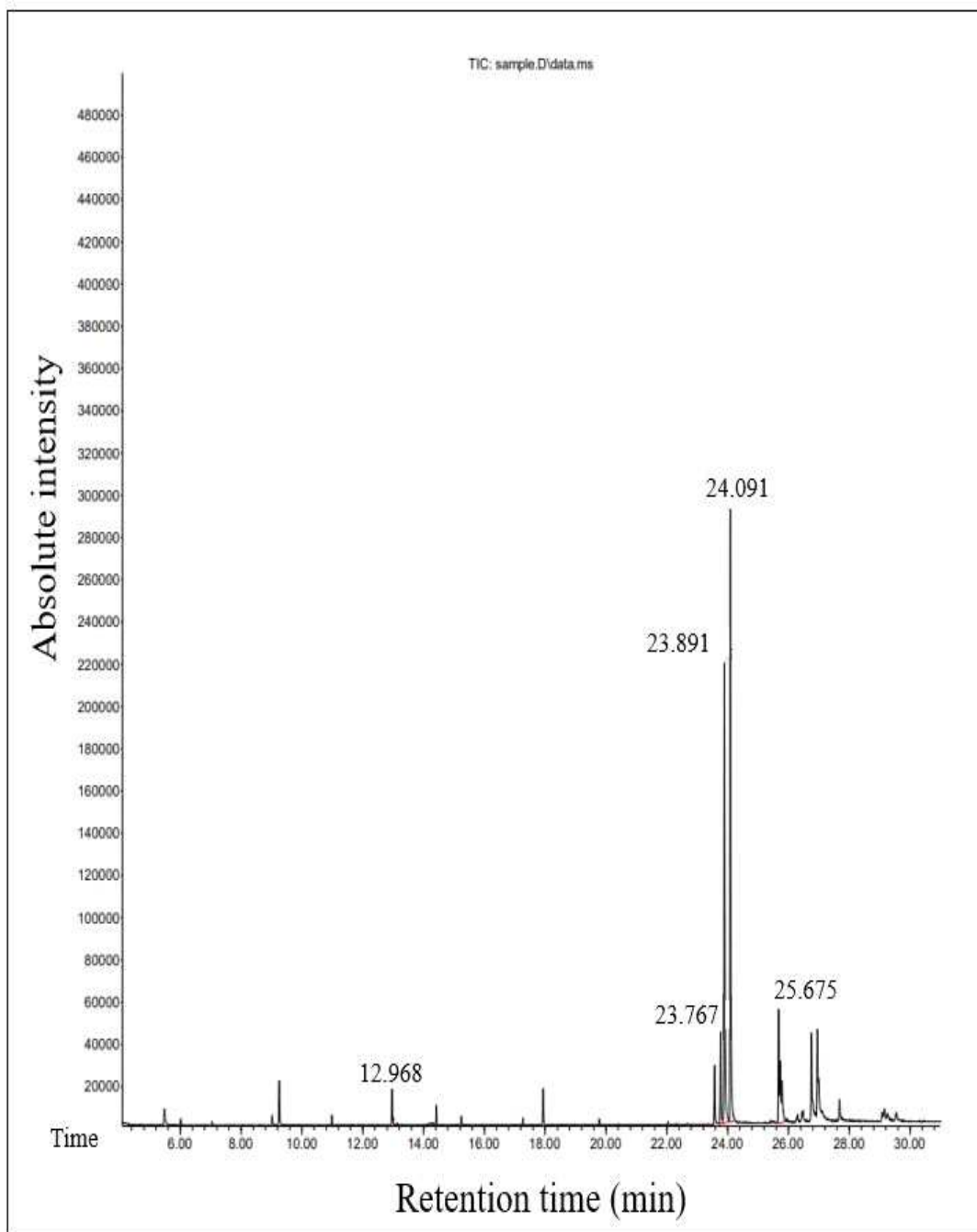


Fig. 2-4. Representative GC-MS chromatogram for volatile compounds of Sea Buckthorn oil

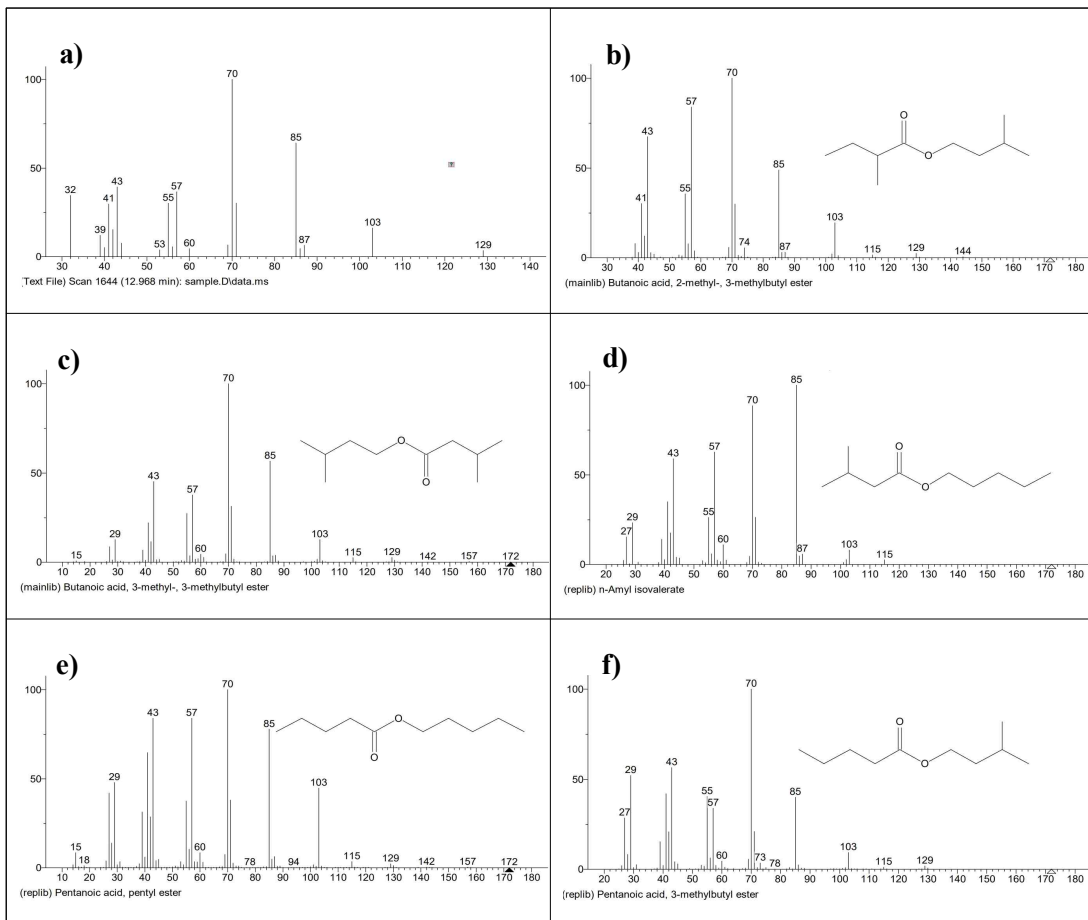


Fig. 2-5. Mass spectra of the peak at GC-MS RT-12.968min of Sea Buckthorn oil. DB-5MS column are shown in parentheses on each mass spectrum: a) sample, b) Butanoic acid, 2-methyl-, 3-methylbutyl ester, c) Butanoic acid, 3-methyl-, 3-methylbutyl ester, d) n-Amyl isovalerate, e) Pentanoic acid, pentyl ester, f) Pentanoic acid, 3-methylbutyl ester

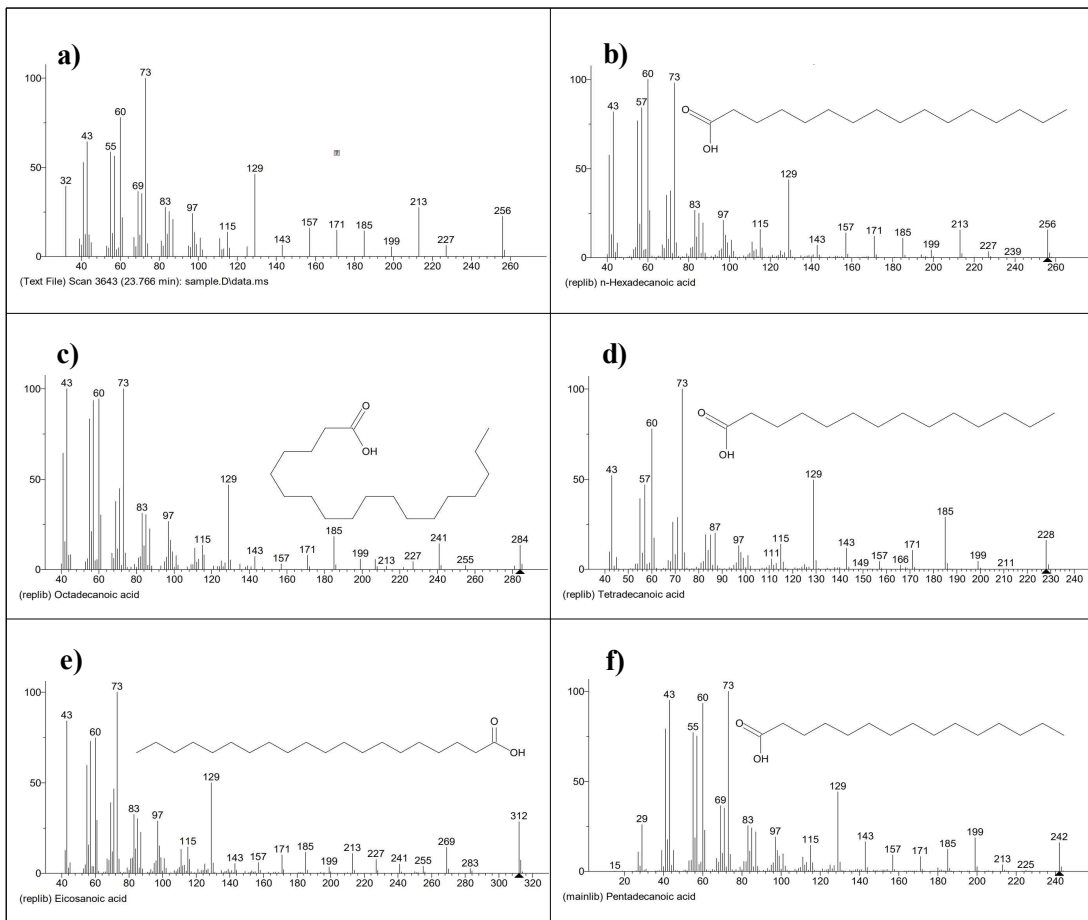


Fig. 2-6. Mass spectra of the peak at GC-MS RT-23.766min of Sea Buckthorn oil. DB-5MS column are shown in parentheses on each mass spectrum: a) sample, b) n-Hexadecanoic acid, c) Octadecanoic acid, d) Tetradecanoic acid, e) Eicosanoic acid, f) Pentadecanoic acid

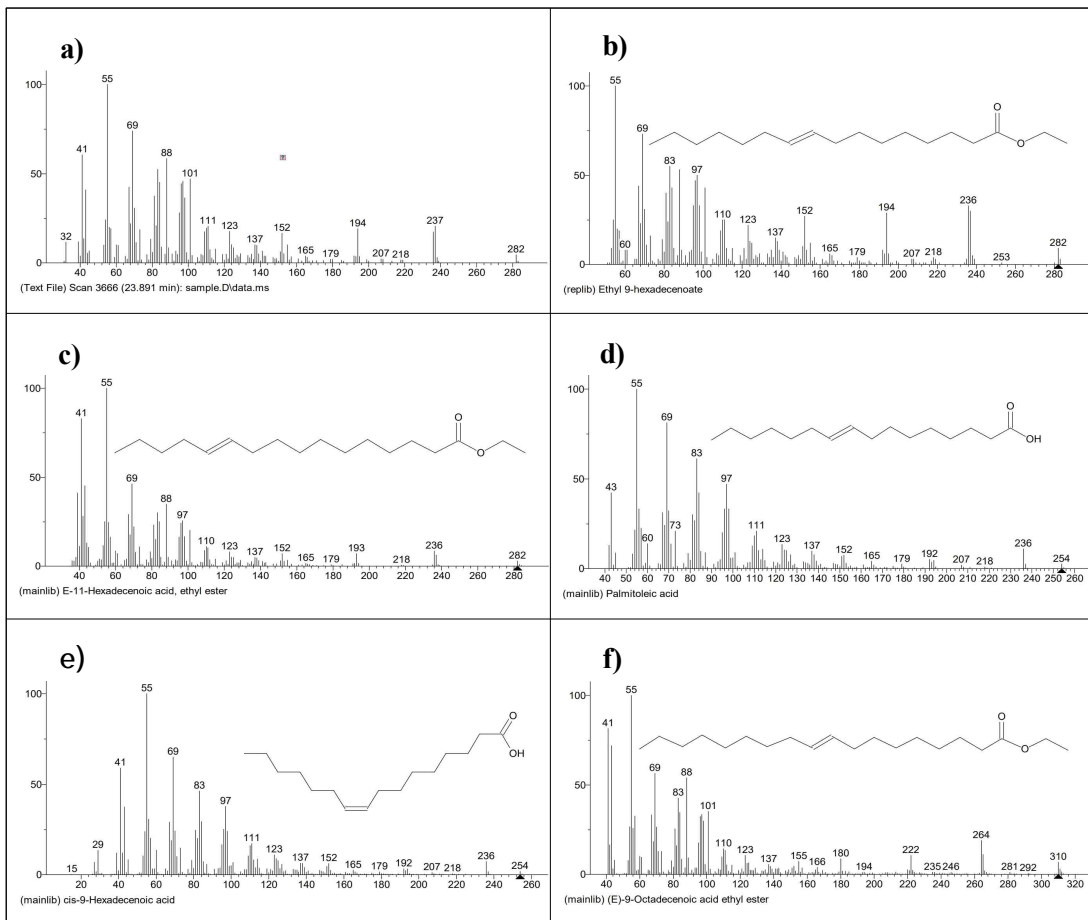


Fig. 2-7. Mass spectra of the peak at GC-MS RT-23.891min of Sea Buckthorn oil. DB-5MS column are shown in parentheses on each mass spectrum: a) sample, b) Ethyl 9-hexadecenoate, c) E-11-Hexadecenoic acid, ethyl ester, d) Palmitoleic acid, e) cis-9-Hexadecenoic acid, f) (E)-9-Octadecenoic acid ethyl ester

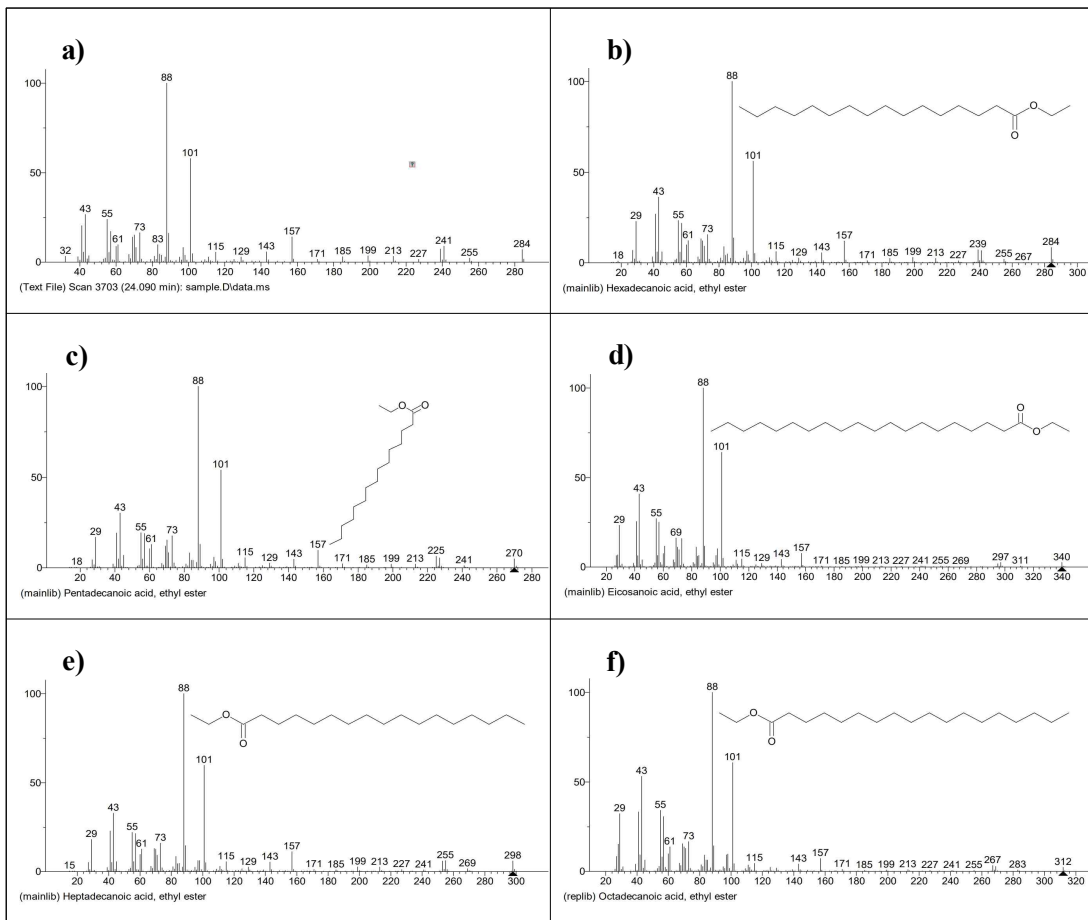


Fig. 2-8. Mass spectra of the peak at GC-MS RT-24.090min of Sea Buckthorn oil. DB-5MS column are shown in parentheses on each mass spectrum: a) sample, b) Hexadecanoic acid, ethyl ester, c) Pentadecanoic acid, ethyl ester, d) Eicosanoic acid, ethyl ester, e) Heptadecanoic acid, ethyl ester, f) Octadecanoic acid, ethyl ester

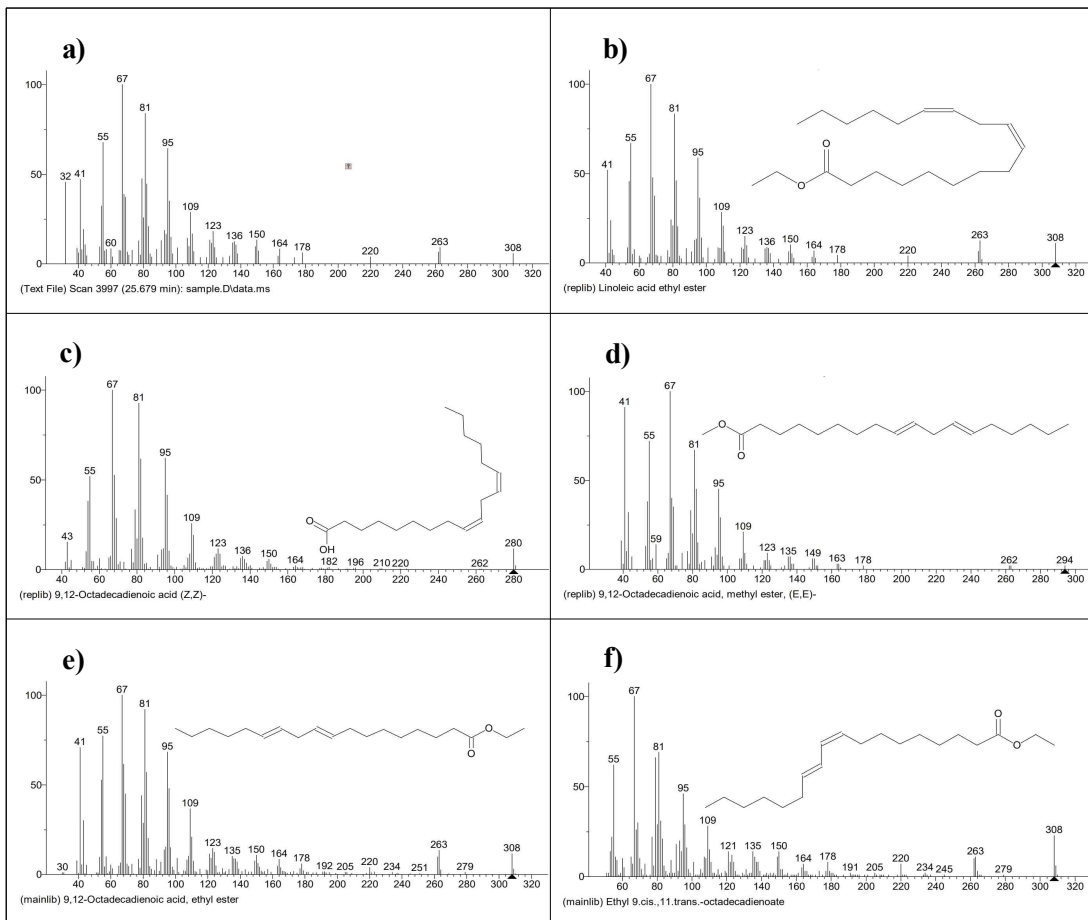


Fig. 2-9. Mass spectra of the peak at GC-MS RT-25.679min of Sea Buckthorn oil. DB-5MS column are shown in parentheses on each mass spectrum: a) sample, b) Linoleic acid ethyl ester, c) 9, 12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, d) 9, 12-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E)-, e) 9, 12-Octadecadienoic acid, ethyl ester, f) Ethyl -cis-, 11.trans.-octadecadienoate

### 3.1.2. 피부건강기능성

#### 1) 피부 독성

비타민나무 열매 정유의 피부독성은 인체 각질형성 세포주 HaCaT keratinocyte를 이용한 MTT assay에 의하여, 비타민나무 열매 정유의 농도에 따른 DMSO cell의 세포 생존율을 측정하였다. 그 결과 <Fig. 2-10>에 제시된 바와 같이 비타민나무 열매 정유의 처리 농도가 증가하여도 대조구와 비교하여 세포증식의 감소가 거의 일어나지 않았다. 즉, 비타민나무 열매 정유는 1%의 농도에 이르기까지 세포독성이 거의 없는 것으로 판단되었다.

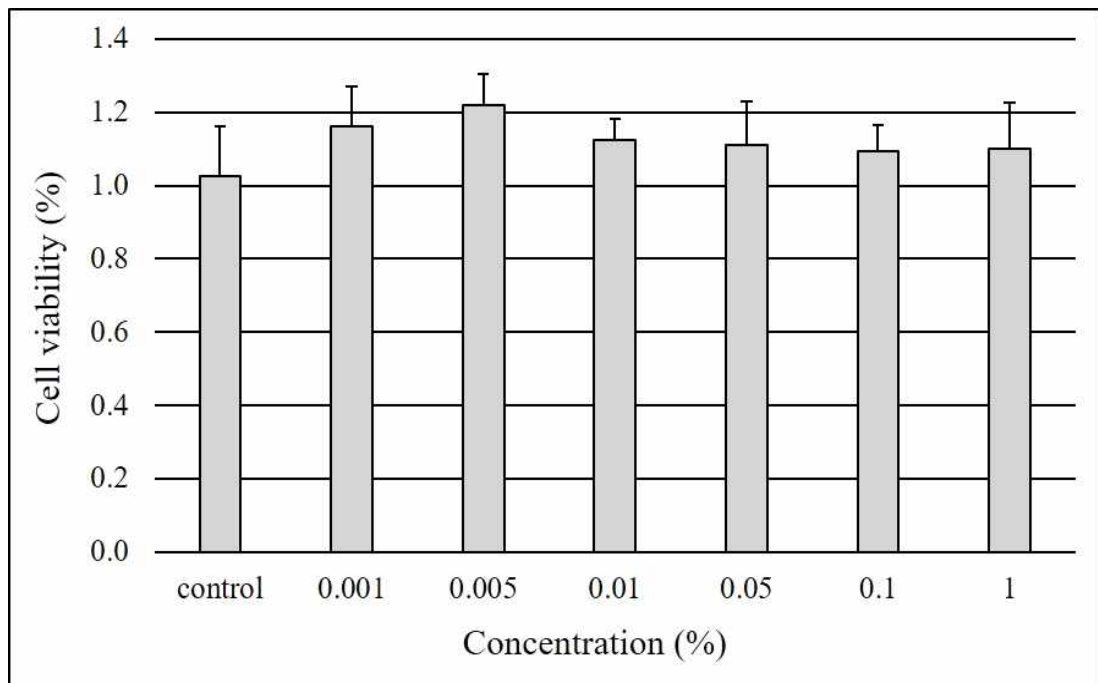






Fig. 2-10. Effect of Sea Buckthorn oil on cell viability of DMSO cell



## 2) 항미생물성

비타민나무 열매 정유의 항미생물성을 평가한 결과는 <Table 2-9>에 제시하였다. 대조군과 비교하여, 균의 성장이 억제되어 균이 거의 발견되지 않음을 알 수 있었다. 실제로 계산한 균 감소율은 황색포도상구균이 99.9% 이상의 우수한 균 감소율을 보인 반면에, 폐렴간균에 대해서는 46.4%이 다소 낮은 균 감소율을 나타내었다. 즉 비타민나무 열매 정유는 포도상구균에 대해 탁월한 항미생물성을 지닌다고 사료되어, 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐과 이를 가공한 식물 소재 또한 포도상구균에 대한 항미생물성을 발휘할 수 있는지 고찰할 필요가 있다.

Table 2-9. Antimicrobial activity of Sea Buckhorn oil (0.01%v/v)

Specimen	Bacterial reduction rate (%)			
		<i>Staphylococcus aureus</i>		<i>Klebsiella pneumoniae</i>
Control	-		-	
SBO	99.9		46.4	

SBO: Sea Buckhorn oil

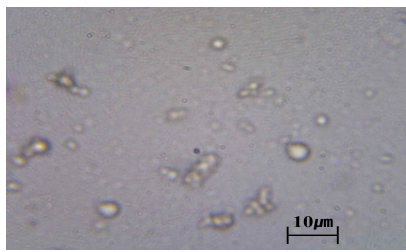
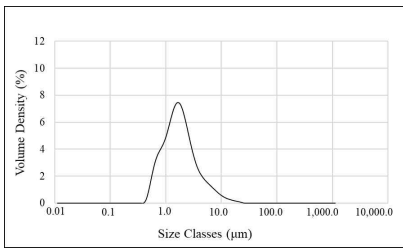
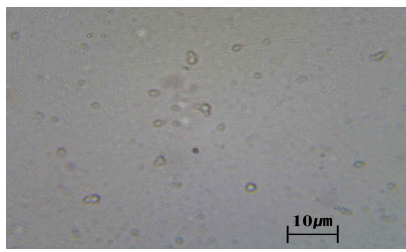
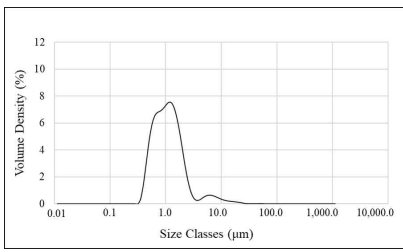
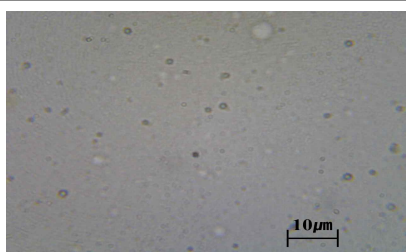
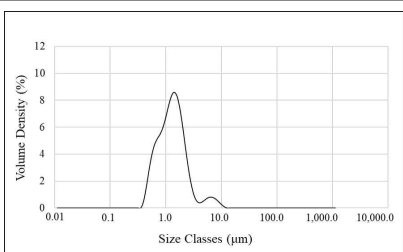
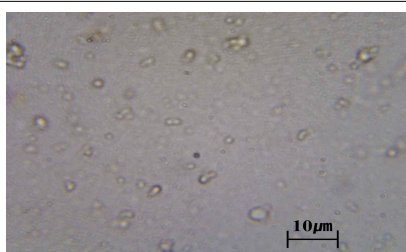
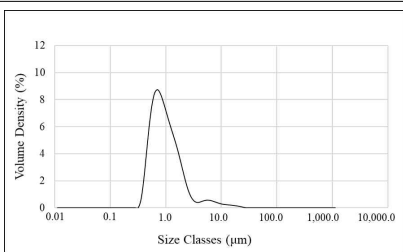

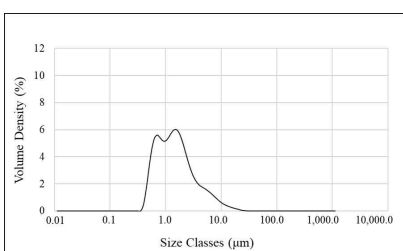
## 3.2. 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐 제조 최적화

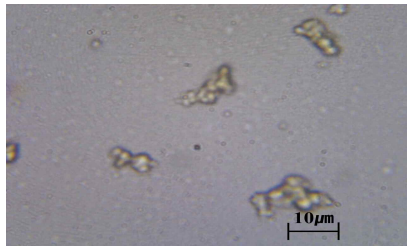
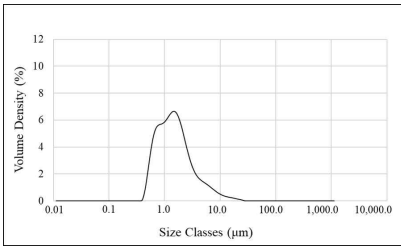
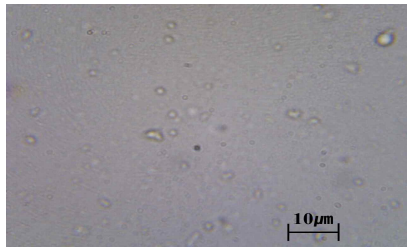
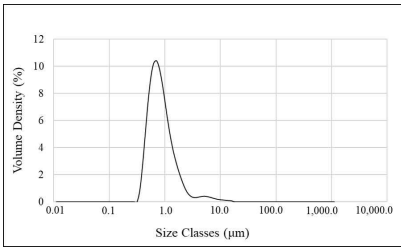
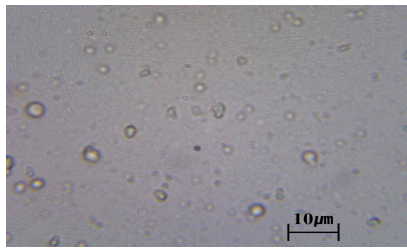
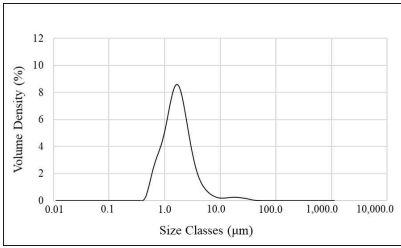
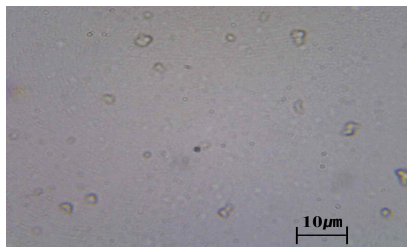
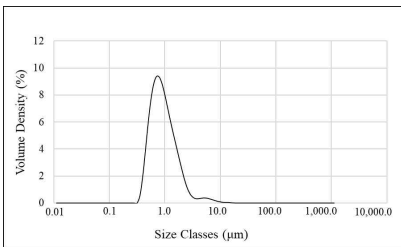
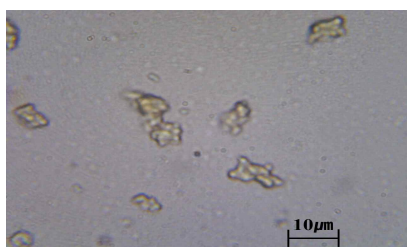
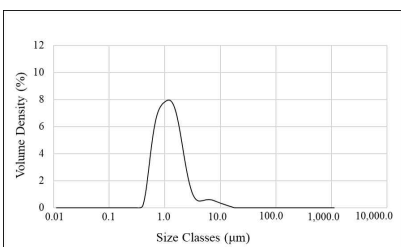

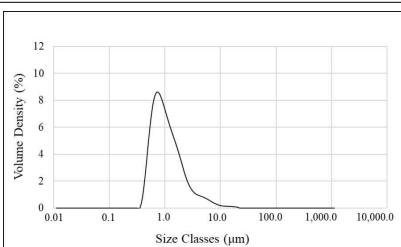
### 3.2.1. 마이크로캡슐의 크기와 분포 특성

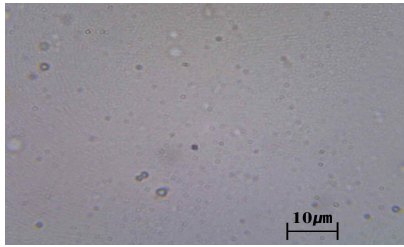
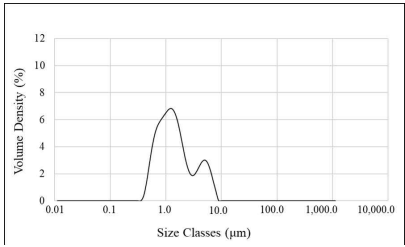
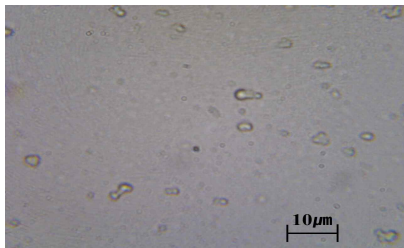
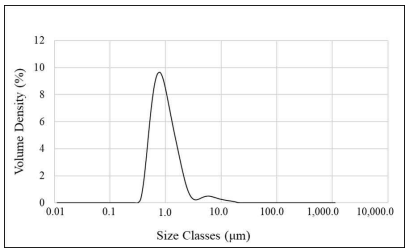
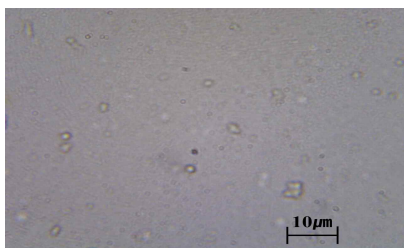
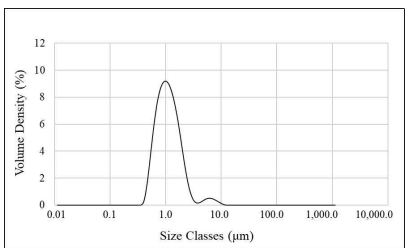
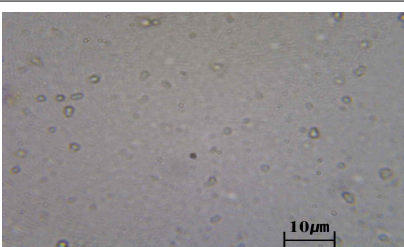
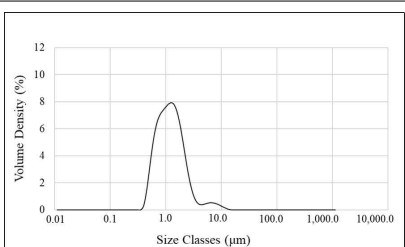
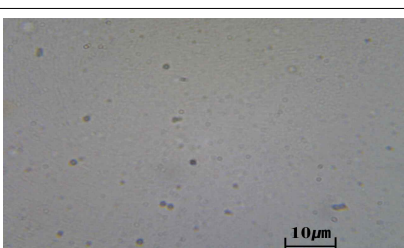
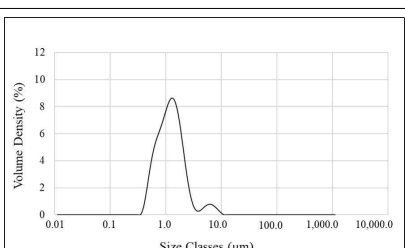

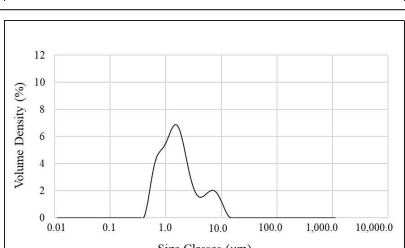
마이크로캡슐 제조 조건 최적화를 위한 반응표면분석의 실험계획에 따라 제조한 27개 마이크로캡슐의 형태와 분포, 입도평균  $D[4,3]$ 의 값은 <Table 2-10>과 같다. 현미경 관찰에 의해 마이크로캡슐의 형태는 대부분 구형에 가까우며 개별로 흩어져있거나 몇 개씩 뭉쳐있는 특성을 보였으며, 입자 크기의 분포는 입도평균을 중심으로 다양한 분포 형태를 나타내었다. 입도평균  $D[4,3]$ 는 최소  $1.60\mu\text{m}$  (Run no.7)에서 최대  $4.01\mu\text{m}$  (Run no.24)의 값을 나타내었다. 이상의 결과로부터 교반 속도와 교반지속 시간, 비타민나무 열매 정유의 함량, 비이온계면활성제 Tween80의 함량의 조절에 따라 키토산-아라비아검 마이크로캡슐 27종의 형태와 입도분포, 입도평균이 다양하게 제조되었음을 알 수 있었다.

마이크로캡슐의 입도분포 곡선을 선행연구(Mancer et al., 2018)의 프로파일 분류 기준에 따라 단봉분포(Unimodal distribution), 불완전한 단봉분포(Imperfect unimodal distribution), 이봉분포(Bimodal distribution), 불완전한 이봉분포(Imperfect bimodal distribution)로 분류하였으며, 그 결과는 <Table 2-11>와 같다. 단일한 피크를 형성하는 단봉분포의 특성을 보이는 마이크로캡슐에는 시료 Run no. 7, 9, 13, 14, 25가 해당되었으며, 불완전한 단봉분포에 속하는 마이크로캡슐은 시료 Run no. 1, 6, 8, 11, 18, 19, 20, 26이었다. 또한 서로 다른 두 개의 피크의 입도분포 특성을 보이는 이봉분포에는 시료 Run no. 2, 3, 4, 10, 15, 16, 22가 해당되었으며, 불완전한 2개 피크를 형성하는 불완전한 이봉분포에는 시료 Run no. 5, 12, 17, 21, 23, 24, 27이 속한다고 판단되었다. 입도분포 프로파일 별로 입도평균  $D[4,3]$  값을 살펴보면, 단봉분포는 입도평균  $D[4,3]$ 이  $1.60\sim 1.99\mu\text{m}$ 로 다른 분포 프로파일보다 가장 작은 범위에 있음을 알 수 있으며, 불완전한 단봉분포의 입도평균  $D[4,3]$ 은  $2.19\sim 3.68\mu\text{m}$ 를 보여서 단봉분포보다 다소 큰 값의 범위를 나타내었다. 이봉분포 프로파일의 입도평균  $D[4,3]$ 은  $2.15\sim 2.45\mu\text{m}$ 로서 단봉분포와 불완전한 단봉분포보다 그 직경 크기가 더 큰 경향이였다. 불완전한 이봉분포 프로파일의 입도평균  $D[4,3]$ 은  $2.40\sim 4.01\mu\text{m}$ 로 가장 큰 입도평균을 나타내었다.

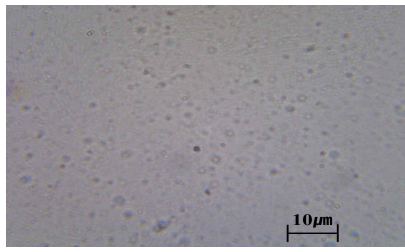
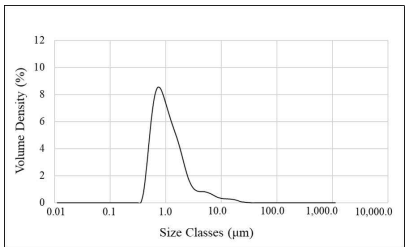
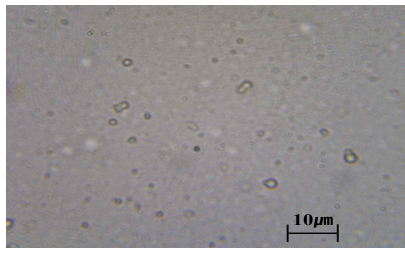
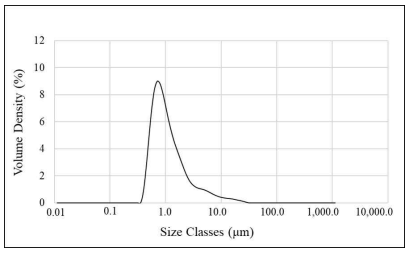
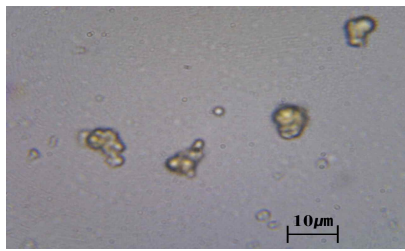
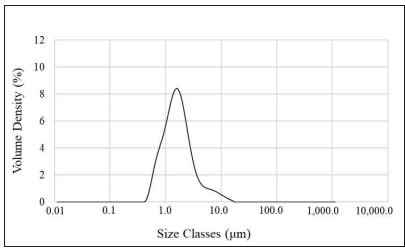
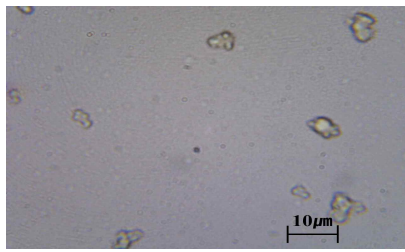
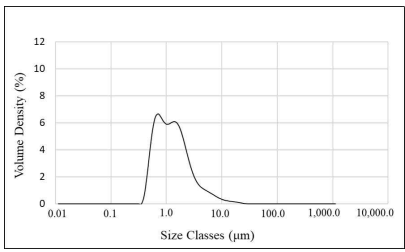
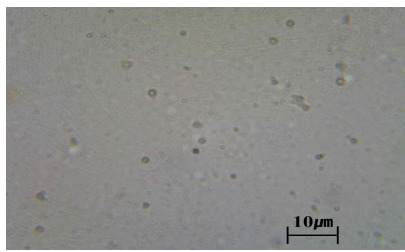
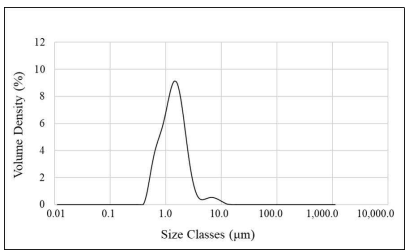
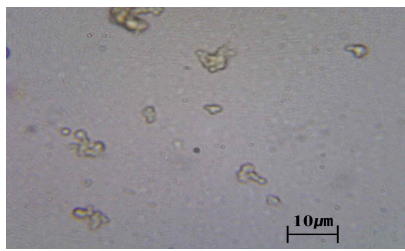
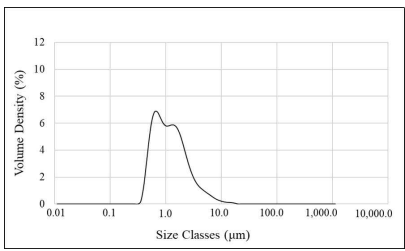
Table 2-10. Microscopic shape and particles size measurements of microcapsules containing Sea Buckthorn oil

Run no	Measurements		PSD[4,3] ( $\mu\text{m}$ )
	Microscopic photos ( $\times 1000$ )	Particle diameter distribution	
1			3.68
2			2.45
3			2.38
4			2.15
5			3.42

Run no	Measurements		PSD[4,3] ( $\mu\text{m}$ )
	Microscopic photos ( $\times 1000$ )	Particle diameter distribution	
6			3.30
7			1.60
8			3.68
9			1.63
10			2.37
11			2.19

Run no	Measurements		PSD[4,3] ( $\mu\text{m}$ )
	Microscopic photos ( $\times 1000$ )	Particle diameter distribution	
12			3.00
13			1.89
14			1.91
15			2.22
16			2.19
17			3.70



Run no	Measurements		PSD[4,3] ( $\mu\text{m}$ )
	Microscopic photos ( $\times 1000$ )	Particle diameter distribution	
18			2.54
19			2.71
20			3.23
21			2.76
22			2.44
23			2.40

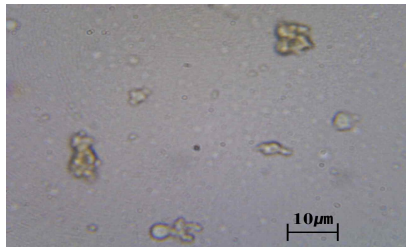
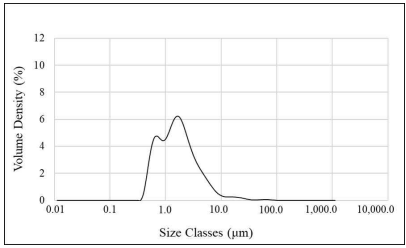
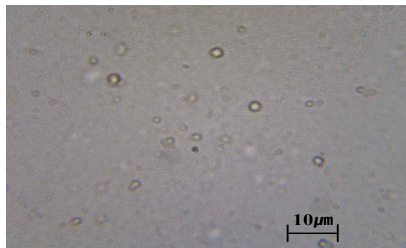
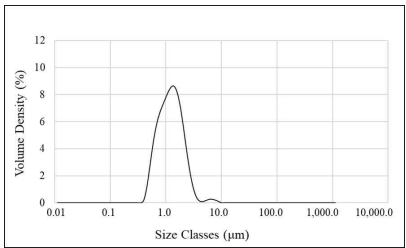
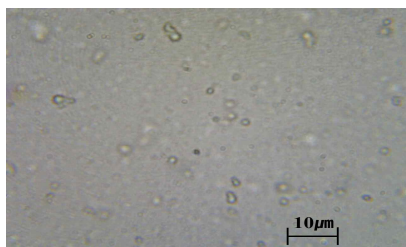
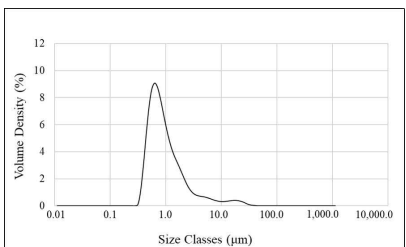

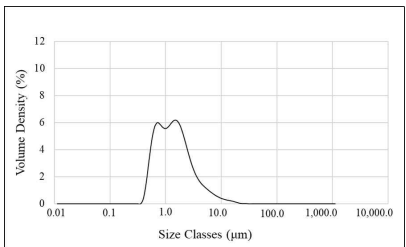
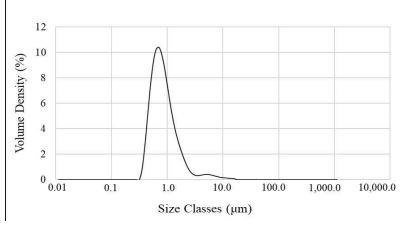
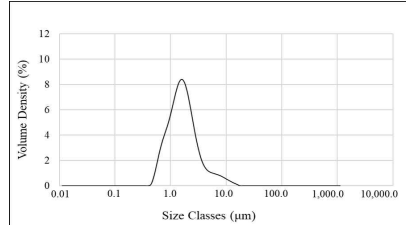
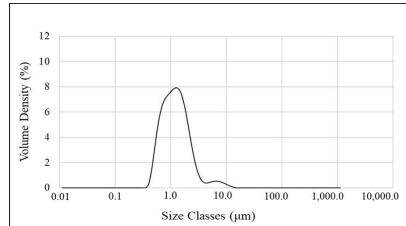
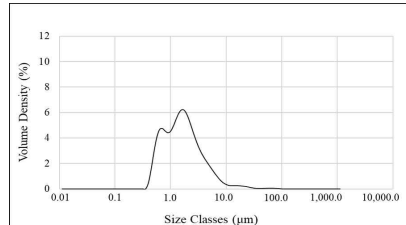
Run no	Measurements		PSD[4,3] ( $\mu\text{m}$ )
	Microscopic photos ( $\times 1000$ )	Particle diameter distribution	
24			4.01
25			1.99
26			2.86
27			3.00

Table 2-11. Results of particle diameter distribution profiles

Distribution profiles	Run no.	PSD [4,3] ( $\mu\text{m}$ )	Particle diameter distribution of Representative sample
Unimodal distribution	7, 9, 13, 14, 25	1.60 ~ 1.99	 <p>no.7</p>
Imperfect unimodal distribution with a spread out base	1, 6, 8, 11, 18, 19, 20, 26	2.19 ~ 3.68	 <p>no.20</p>
Bimodal distribution with two distinct peaks	2, 3, 4, 10, 15, 16, 22	2.15 ~ 2.45	 <p>no.15</p>
Imperfect bimodal distribution	5, 12, 17, 21, 23, 24, 27	2.40 ~ 4.01	 <p>no.24</p>



앞의 <Table 2-6>에서 설계한 실험계획의 교반속도, 교반지속 시간 및 비타민 나무 열매 정유의 함량, 비이온계면활성제 Tween80의 함량과 입도분포 프로파일 간의 관계를 살펴보면, 이들 값이 거의 동일하게 중심점 값으로 설정하여 제조한 마이크로캡슐은 대체로 단봉분포 프로파일을 나타내는 경향이였다. 또한 비타민 나무 열매 정유의 함량보다 비이온계면활성제 Tween80의 함량을 적게 하여 제조한 마이크로캡슐은 대체로 불완전한 단봉분포 프로파일에 속하는 것으로 보인다. 한편 교반지속 시간 5분, 교반속도 9,000, 10,000rpm으로 하였을 경우에 제조된 마이크로캡슐의 입도분포는 두 개의 서로 다른 피크가 있는 이봉분포 프로파일에 포함되는 경향이였다. 또한 비타민나무 열매 정유의 함량과 비이온계면활성제 Tween80의 함량을 모두 최소 수준으로 하여 제조한 마이크로캡슐은 불완전한 이봉분포 곡선의 입도분포를 보이는 것으로 나타났다. 따라서 비타민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐의 입도분포 프로파일은 제조 조건인 교반속도, 교반지속 시간 및 비타민나무 열매 정유의 함량, 비이온계면활성제 Tween80의 함량과 관계되는 것으로 보인다.

비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐의 제조조건과 품질변수 간의 관계를 기초적으로 고찰하고자, 마이크로캡슐 제조조건이자 최적화 모델링을 위한 반응표면분석의 독립변수인 교반속도와 교반지속 시간, 입도평균 D[4,3] 간의 관계를 살펴보았다. 마이크로캡슐 제조 시의 교반속도 9,000/10,000/11,000rpm 별로 제조된 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3]을 <Fig. 2-11>에 제시하였다. 교반속도 9,000rpm에서의 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3]은 약 3.00 $\mu\text{m}$ 으로 다른 교반속도에 의한 마이크로캡슐의 입도평균보다 더 큰 값을 보였다. 반면에 교반속도 10,000rpm으로 제조한 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3]은 약 2.17.00 $\mu\text{m}$ 으로 세 가지 교반속도 중 가장 작은 캡슐크기를 나타내었다. 교반속도에 따른 마이크로캡슐 입도평균 D[4,3]의 차이를 ANOVA분석한 결과, 교반속도 9,000rpm과 10,000rpm 간에 유의한 차이(F=4.792, p<.05)가 나타나서, 교반속도에 따라 마이크로캡슐 입도평균에 유의한 차이가 있음을 알 수 있었다. 한편 마이크로캡슐 제조 시의 교반지속 시간 1/2/3분 별로 제조된 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3]는 <Fig. 2-12>와 같다. 즉, 교반지속 시간 1분으로 제조된 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3]는 약 3.10 $\mu\text{m}$ 로서 교반지속 시간 조건 중에서 가장 큰 입도평균을 나타내

었다. 교반지속 시간 3분에서는 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3]가 약 2.42 $\mu\text{m}$ 으로 서 입도평균 D[4,3]가 2.45 $\mu\text{m}$ 인 교반지속 시간 5분에서와 거의 유사한 반경 크기 였다. 교반지속 시간에 따른 입도평균 D[4,3]의 차이를 ANOVA 분석 한 결과, 교 반지속 시간 1분과 3분 간에 유의한 차이( $F=3.493$ ,  $p<.05$ )를 보여서, 교반지속 시 간에 따라 마이크로캡슐 입도평균에 유의한 차이가 있음을 알 수 있었다. 이상의 결과로부터 마이크로캡슐 제조조건인 교반속도와 교반지속 시간이 제조된 마이크 로캡슐 입도평균에 유의한 영향을 미칠 수 있음을 의미하며, 반응표면분석에 의한 최적화 모델링에서 마이크로캡슐의 입도평균이 제조조건에 의한 유의하게 최적화 될 수 있음이 기대되었다.

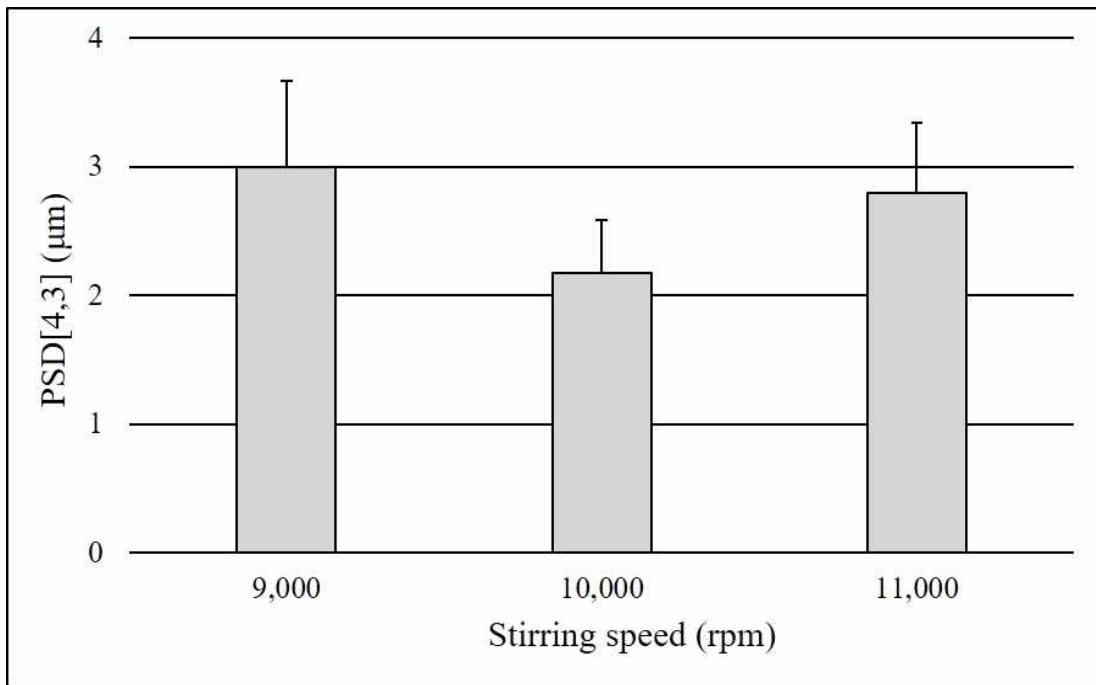


Fig. 2-11. Particle size diameter of microcapsules depending on stirring speed

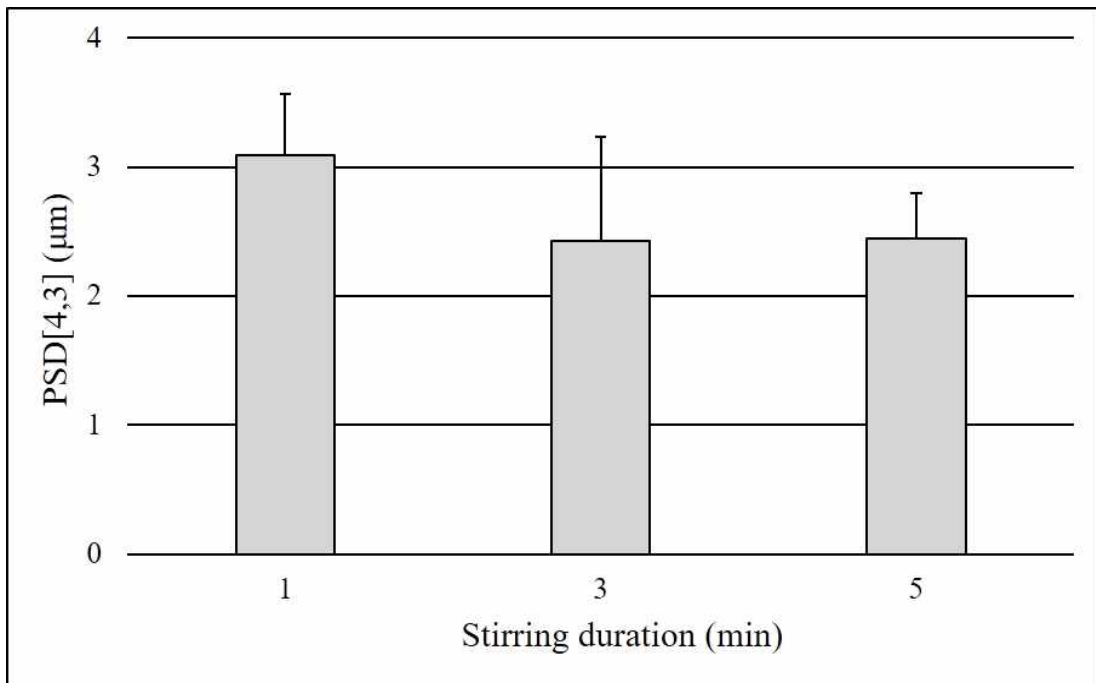


Fig. 2-12. Particle size diameter of microcapsules depending on stirring duration

### 3.2.2. 코아세르베이션 마이크로캡슐의 최적화 모델링

반응표면분석을 위하여 비타민나무 열매 정유의 함량( $X_1$ ), 유화제인 비이온계면활성제 Tween80의 함량( $X_2$ ), 교반속도( $X_3$ ), 교반지속 시간( $X_4$ )을 독립변수( $X_n$ )로 하고, 마이크로캡슐의 품질 특성으로 예상하는 수율(%), 입도평균  $D[4,3]$ , 입도분포 (Span)를 종속변수로 하여 마이크로캡슐 27종을 제조한 결과, 각 변수들의 결과는 <Table 2-12>과 같다.

Table 2-12. Experimental design matrix and process values on experimental runs and response values of microcapsules by Box-Behnken design

Run no.	Process variables				Responses		
	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_4$	MY(%)	PSD[4,3] ( $\mu\text{m}$ )	Span (-)
1	4.90	4.65	9,000	1	34.345	3.68	2.626
2	4.69	4.65	10,000	3	14.254	2.45	1.882
3	4.48	4.35	9,000	5	21.435	2.38	1.703
4	4.90	4.50	10,000	3	26.377	2.15	2.167
5	4.48	4.35	9,000	1	19.445	3.42	3.448
6	4.48	4.65	9,000	1	34.625	3.30	2.938
7	4.69	4.50	10,000	3	28.219	1.60	1.770
8	4.69	4.50	11,000	3	32.627	3.68	1.928
9	4.48	4.50	10,000	3	38.378	1.63	1.766
10	4.48	4.65	11,000	1	31.299	2.37	1.849
11	4.69	4.35	10,000	3	25.830	2.19	2.465
12	4.48	4.35	11,000	5	19.018	3.00	3.753
13	4.69	4.50	10,000	3	28.590	1.89	1.758
14	4.90	4.35	9,000	5	23.720	1.91	1.530
15	4.69	4.50	10,000	3	32.627	2.22	1.742
16	4.48	4.65	9,000	5	18.421	2.19	1.627
17	4.90	4.35	11,000	1	17.983	3.70	4.112
18	4.48	4.65	11,000	5	44.860	2.54	2.676
19	4.90	4.65	11,000	5	37.812	2.71	3.490
20	4.90	4.35	9,000	1	27.173	3.23	2.127
21	4.90	4.65	11,000	1	27.333	2.76	2.693
22	4.69	4.50	10,000	5	17.632	2.44	1.563
23	4.48	4.35	11,000	1	27.291	2.40	2.592
24	4.69	4.50	9,000	3	34.357	4.01	2.936
25	4.90	4.35	11,000	5	20.373	1.99	1.507
26	4.90	4.65	9,000	5	37.055	2.86	3.438
27	4.69	4.50	10,000	1	24.058	3.00	2.749

$X_1$ : Sea Buckthorn oil (wt%),  $X_2$ : Tween 80 (wt%),  $X_3$ : Stirring speed (rpm),  $X_4$ : Stirring duration (min).

### 1) 마이크로캡슐 수율의 최적화 모델링

실험계획법에 의해 제조한 마이크로캡슐의 수율은 앞의 <Table 2-12>에서 알 수 있듯이 14.254~44.860% 범위를 나타내고 있었다. 반응표면분석에서 얻어진 2차 모델식에 대한 적합성은 오차항에 대한 잔차분석을 통하여 확인할 수 있는데, 마이크로캡슐의 수율의 결정도에 대한 잔차분석 결과를 <Fig. 2-13>에 제시하였다. <Fig. 2-13(a)>에서 표준화 잔차의 정규 확률도를 보면 모든 데이터들이 직선 상에 분포됨에 따라 정규분포를 나타내고 있어 잔차의 정규성을 만족하며, <Fig. 2-13(b)>에서 예측값과 표준화 잔차의 산점도를 살펴보면  $\pm 10$  이내의 수평 밴드 내에서 랜덤하게 퍼져 있으므로 오차가 등분산성을 만족하여 선택된 모형이 적절함을 알 수 있다. <Fig. 2-13(c)>의 히스토그램에서는 종 모양 형태를 취하고 있어 정규분포를 만족한 것으로 판단할 수 있다. <Fig. 2-13(d)>의 대순서 그림에서 살펴보면  $\pm 10$  이내의 주기성과 같은 일정한 패턴이 나타나지 않았다.

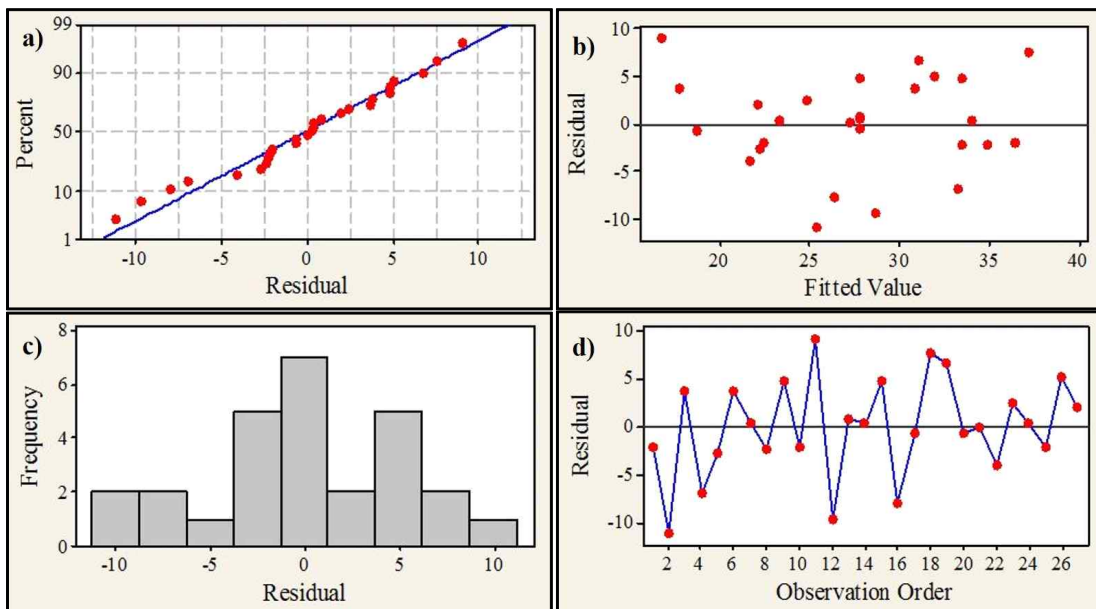


Fig. 2-13. The residual plots for a) Normal probability plot, b) Versus fits, c) Histogram, d) Versus order on microencapsulation yield

마이크로캡슐의 수율에 대해서 독립변수의 선형, 제곱, 상호작용에 대한 반응표면분석을 수행하였다. 추정된 회귀계수 중 p-value 값이 큰 항  $X_1X_2$ ( $p=0.853$ ),  $X_1X_4$ ( $p=0.465$ ),  $X_2X_3$ ( $p=0.407$ ),  $X_2X_4$ ( $p=0.533$ )를 제외시키고, 반응표면분석법으로 확인한 결과 아래와 같은 회귀다항식을 얻었다.

$$Y_1 = -3309.89 - 1055.64X_1 + 2714.17X_2 - 71.33X_3 - 1.57X_4 + 127.49X_1^1 - 298.38X_2^2 + 6.74X_3^3 - 1.48X_4^4 - 14.09X_1X_3 + 1.03X_3X_4$$

여기서  $Y_1$ 은 반응표면분석법에서 반응치로 설정된 마이크로캡슐의 수율(%)이고, 계량인자인 ( $X_1, X_2, X_3, X_4$ )은 각각 비타민나무 열매 정유의 함량, 비이온계면활성제 Tween80의 함량, 교반속도, 교반지속 시간이다. 회귀다항식의 각 계수와 유의성은 <Table 2-13>과 같은데, 유의성이 대체로 높아서 회귀다항식의 적합성이 낮다고 볼 수 있고 회귀곡선에 대한 결정계수  $R^2$  값은 0.5637로 정확도가 높지 않다. <Table 2-14>와 같이 ANOVA를 수행하였을 때, 전체 모형의 F-value는 2.07로 높고 p-value는 0.094로 유의적이지 못한 수치를 보였다. 적합성 결여(Lack of fit)의 p-value는 0.119( $p>0.05$ )로서 적절한 모델로 판단하기에는 부족하였다.

Table 2-13. Regression coefficients and significance for microencapsulation yield

Factor	Coefficient	SE Coefficient	T-value	p-value
Constant	-3309.89	3462.29	-0.956	0.353
$X_1$ (Sea Buckthorn oil)	-1055.64	860.48	-1.227	0.238
$X_2$ (Tween 80)	2714.17	1611.72	1.684	0.112
$X_3$ (Stirring speed)	-71.33	88.34	-0.807	0.431
$X_4$ (Stirring duration)	-1.57	10.12	-0.155	0.878
$X_1^1$	127.49	91.37	1.395	0.182
$X_2^2$	-298.38	179.08	-1.666	0.115
$X_3^3$	6.74	4.03	1.672	0.114
$X_4^4$	-1.48	1.01	-1.467	0.163
$X_1X_3$	-14.09	7.69	-1.832	0.086
$X_3X_4$	1.03	0.81	1.281	0.218

Table 2-14. Results of ANOVA for microencapsulation yield

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-value	p-value
Regression	10	863.080	86.308	2.07	0.094
Linear	4	164.940	41.235	0.99	0.442
X <sub>1</sub>	1	62.830	62.830	1.51	0.238
X <sub>2</sub>	1	118.389	118.389	2.84	0.112
X <sub>3</sub>	1	27.216	27.216	0.65	0.431
X <sub>4</sub>	1	1.009	1.009	0.02	0.878
Square	4	314.269	78.567	1.88	0.163
X <sub>1</sub> <sup>1</sup>	1	81.281	81.281	1.95	0.182
X <sub>2</sub> <sup>2</sup>	1	115.895	115.895	2.78	0.115
X <sub>3</sub> <sup>3</sup>	1	116.706	116.706	2.80	0.114
X <sub>4</sub> <sup>4</sup>	1	89.819	89.819	2.15	0.162
2-way interaction	2	208.574	104.287	2.50	0.114
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	1	140.036	140.036	3.35	0.086
X <sub>3</sub> X <sub>4</sub>	1	68.538	68.538	1.64	0.218
Residual Error	16	667.935	41.746		
Lack of fit	14	655.980	46.856	7.84	0.119
Pure Error	2	11.955	5.978		
Total	26				

<Fig. 2-14>과 <Fig. 2-15>는 마이크로캡슐의 수율에 대한 2차원 등고선도와 3차원 반응표면도이다. 각 등고선도와 반응표면도는 인자의 조합에 대한 마이크로캡슐 수율의 반응곡선을 나타내는 것으로, 등고선도 및 반응표면도의 모든 지점에서의 반응치 값은 서로 동일하다. <Fig. 2-14(a)>와 <Fig. 2-15(a)>는 X<sub>1</sub>(비타민나무 열매 정유의 함량)과 X<sub>2</sub>(비이온계면활성제 Tween80의 함량)의 수준을 변화시키고, X<sub>3</sub>(교반속도)는 10,000rpm, X<sub>4</sub>(교반지속 시간)은 3분의 중간 수준에 고정하였을 때에 마이크로캡슐 수율의 반응곡선을 의미한다. 등고선도와 반응표면도를 종합하여 해석하면, 종속변수인 마이크로캡슐 수율은 X<sub>1</sub> 값의 변화보다는 X<sub>2</sub> 값의 변화에 더 영향을 받는 것을 알 수 있다. 즉, X<sub>2</sub>가 중간 수준인 4.50(wt%)일 때에 X<sub>1</sub>은 모든 수준에서 마이크로캡슐 수율이 최대값을 갖는다. <Fig. 2-14(b)>와 <Fig. 2-15(b)>는 X<sub>1</sub>(비타민나무 열매 정유의 호합비율)과 X<sub>3</sub>(교반속도) 수준을 변화시키고, X<sub>2</sub>(비이온계면활성제 Tween80의 함량)을 4.50(wt%)으로, X<sub>4</sub>(교반지속 시간)

를 3분의 중간 수준에 고정하였을 때에 마이크로캡슐 수율의 반응곡선을 나타낸다. 종합하면  $X_1$  수준이 4.95(wt%)이고  $X_3$  수준이 10,000rpm일 때 마이크로캡슐 수율은 최대값을 갖는 경향을 의미한다. <Fig. 2-14(c)>와 <Fig. 2-15(c)>는  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)을 4.50(wt%)에,  $X_3$ (교반속도)를 10,000rpm로 중간 수준에 고정하고  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)과  $X_4$ (교반지속 시간)의 수준을 변화시키면 수율(%)은  $X_4$  수준이 3분 중간 수준이고  $X_1$ 의 모든 수준에서 최대값을 갖는다. <Fig. 2-14(d)>와 <Fig. 2-15(d)>는  $X_3$ (교반속도)와  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량) 수준을 변화시키면서  $X_1$ (비타민나무 열매 정유 함량)을 4.69(wt%)로,  $X_4$ (교반지속 시간)을 3분의 중간 수준에 고정하고 마이크로캡슐 수율의 변화를 나타낸다. 결과는  $X_4$  수준이 4.65(wt%)이고  $X_3$  수준이 작아지거나 또는 커지는 방향 즉, 양쪽 방향으로 모두 마이크로캡슐의 수율이 증가한다. <Fig. 2-14(e)>와 <Fig. 2-15(e)>는  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)을 4.69(wt%)로,  $X_3$ (교반속도)를 10,000rpm의 중간 수준에 고정하고  $X_4$ (교반지속 시간)과  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량) 수준을 변화시킬 때의 등고선도와 반응표면도이다. 이때 마이크로캡슐 수율은  $X_2$  수준이 4.65(wt%)이고  $X_4$  수준이 3분일 때에 최대값을 갖는 것으로 해석된다. <Fig. 2-14(f)>와 <Fig. 2-15(f)>의 등고선도와 반응 표면도는  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)을 4.69(wt%)로,  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)를 4.50(wt%)의 중간 수준에 고정하고  $X_4$ (교반지속 시간)과  $X_3$ (교반속도)의 수준을 변화시키면서 마이크로캡슐 수율의 변화를 고찰한 결과이다. 그 결과  $X_4$ 가 3분이며  $X_3$ 가 작아질수록 또는 반대로 커질수록 마이크로캡슐의 수율은 증가하는 추세를 보였다. 이상의 등고선과 반응표면도의 결과에서 마이크로캡슐 수율의 예측성이 가장 높다고 판단되는 <Fig. 2-14(b)>와 <Fig. 2-15(b)>를 종합하여 <Fig. 2-16>에 제시하였다. 이는  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 호합비율)과  $X_3$ (교반속도) 수준을 변화시키고,  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)을 4.50(wt%)으로,  $X_4$ (교반지속 시간)를 3분의 중간 수준에 고정하였을 때에 마이크로캡슐 수율의 반응곡선을 나타낸다. 이때 종합하면  $X_1$  수준이 4.95(wt%)이고  $X_3$  수준이 10,000rpm일 때 마이크로캡슐 수율은 약 40.0~42.5%의 최대값을 가질 수 있는 것으로 해석된다.



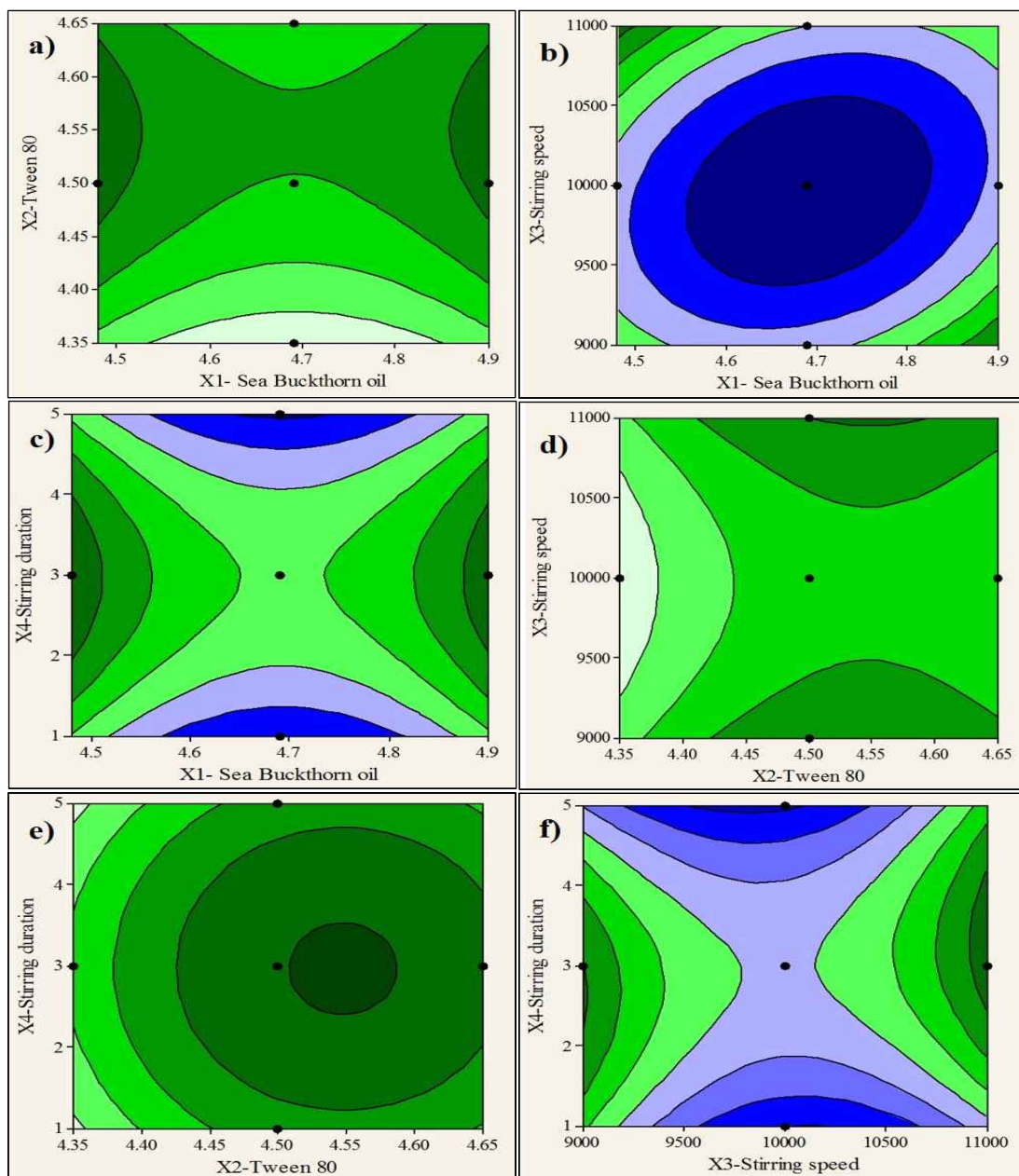


Fig. 2-14. Response contour plot showing combined effects: a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on microencapsulation yield

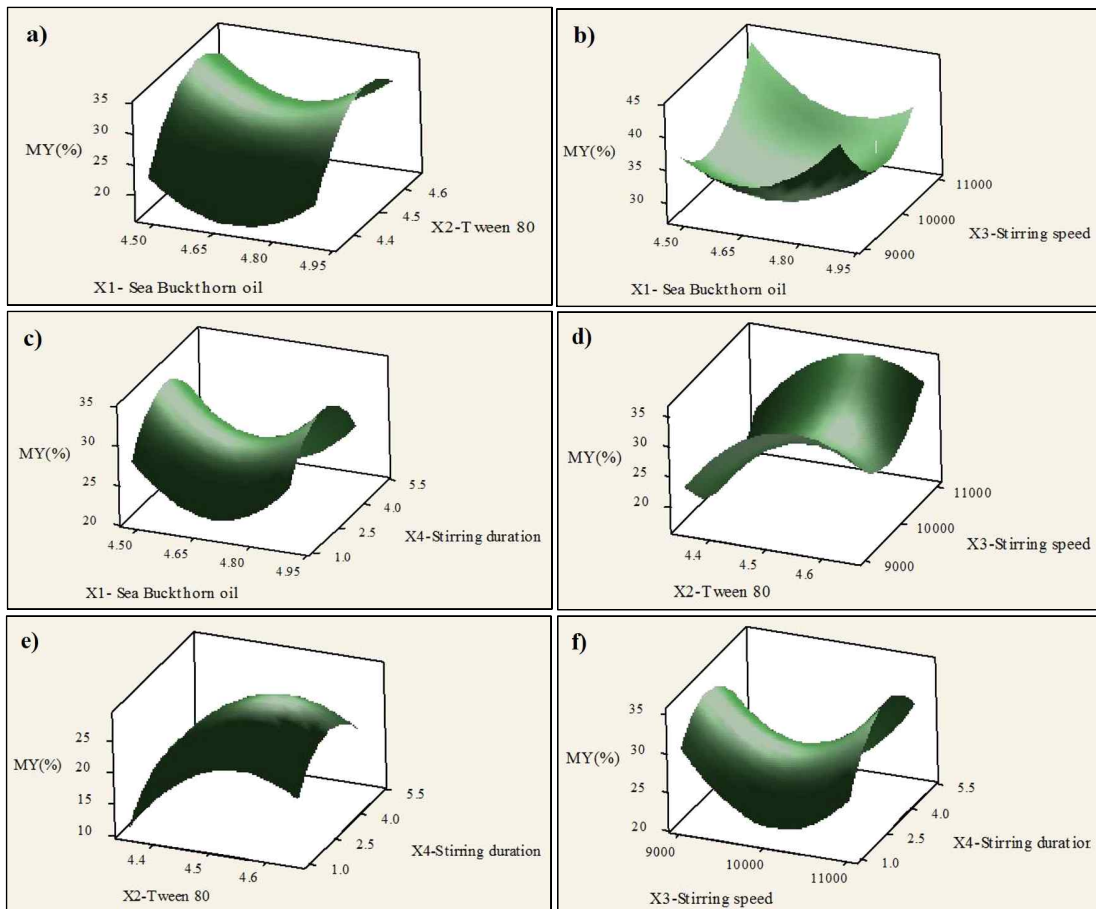


Fig. 2-15. Response surface plot showing combined effects: a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on microencapsulation yield

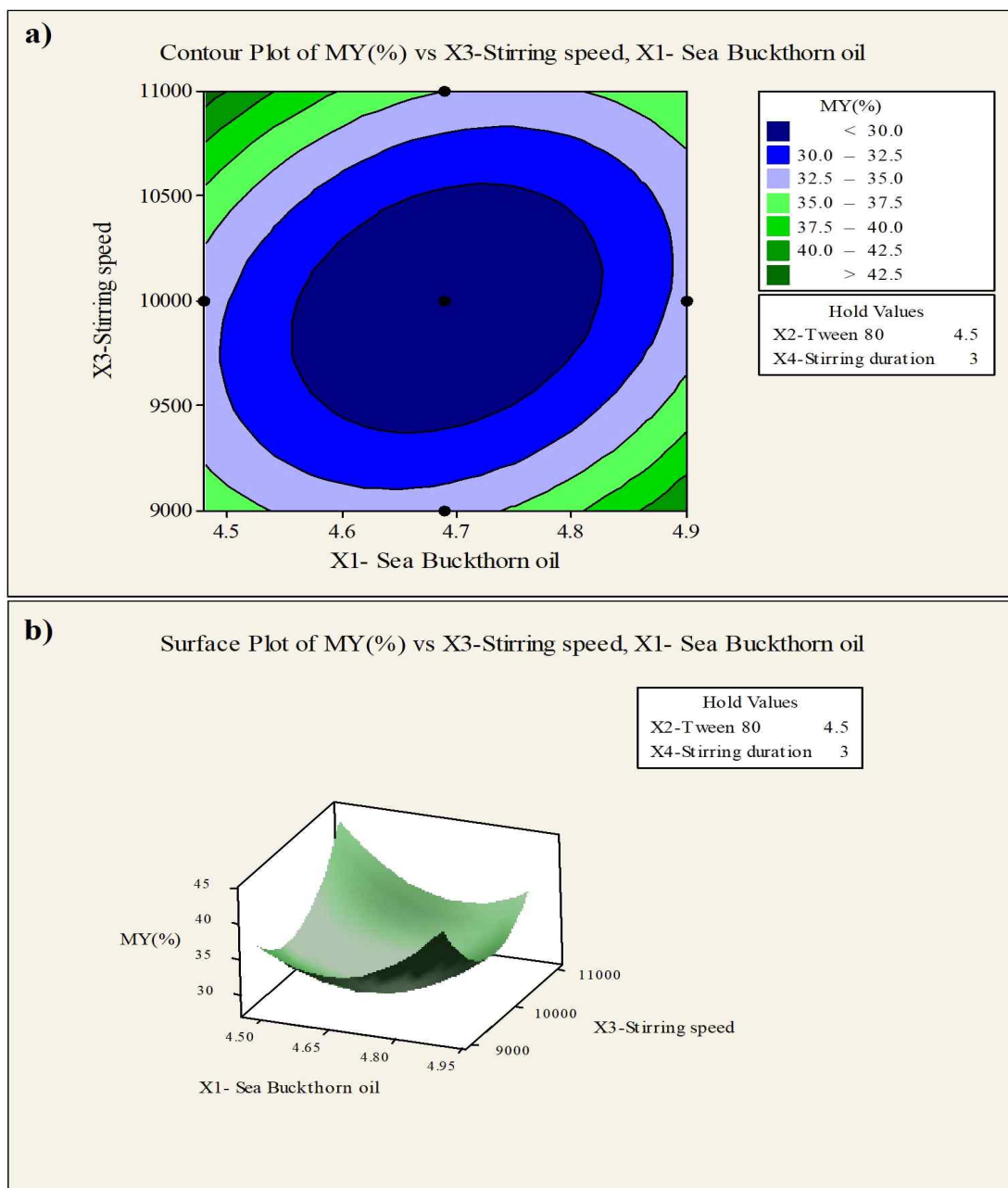


Fig. 2-16. Response contour plot and surface plot for microencapsulation yield indicating the effects of the mutual interactions on concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ) on microencapsulation yield: a) contour plots b) surface plots

최적화 실험의 마지막 단계는 제품의 최적조건을 규명하는 방법이며 신제품 개발에 많이 활용된다. 제품의 품질에 영향을 미치는 주요 인자를 결정하여 독립변수로 설정하고 반응변수의 함수식을 구한 후 최적화도구를 얻어낸다. 따라서 <Table 2-15>와 같이 마이크로캡슐의 수율에 대한 최적화도를 구하였다. 최적화도는 독립변수로 비타민나무 열매 정유의 함량, 비이온계면활성제 Tween80의 함량, 교반속도, 교반지속 시간을 설정하고 반응치로 마이크로캡슐의 수율로 설정하였다. 최적 함량을 찾아내는 마이크로캡슐 수율의 목표값을 44.860%, 하한값을 14.254%으로 그 이상의 최고값을 추구하는 조건으로 하는 최적점을 도출하고자 한다. 그 결과  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)이 4.480(wt%),  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)가 4.5470(wt%),  $X_3$ (교반속도)가 11,000rpm 및  $X_4$ (교반지속 시간)가 3분 3030초 일 때 마이크로캡슐 수율의 최적화 값은 44.5263%로 추정되었다.

Table 2-15. Optimization graph of response surface for microencapsulation yield

Optimal	$X_1$ - Sea Buckthorn oil	$X_2$ - Tween 80	$X_3$ - Stirring speed	$X_4$ - Stirring duration
High	4.90	4.650	11,000	5
Cur	[4.480]	[4.5470]	[11,000]	3.3030
Low	4.480	4.350	9,000	1

<p>MY(%) Maximum <math>y = 44.5263</math> <math>d = 0.98910</math></p>				
--	--	--	--	--

## 2) 입도평균 D[4,3]의 최적화 모델링

실험계획에 의해 제조한 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3]의 결과는 앞의 <Table 2-12>에 제시된 바와 같이 1.60~4.01 $\mu\text{m}$ 의 범위를 나타내었다. 반응표면분석에서 얻은 2차 모델식에 대한 적합성은 오차항에 대한 잔차분석을 통하여 확인할 수 있다. 이에 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3]의 결정도에 대한 잔차분석 결과는 <Fig. 2-17>에 제시하였다. <Fig. 2-17(a)>에서 표준화 잔차의 정규 확률도를 보면 모든 데이터들이 직선 상에 분포됨에 따라 정규분포를 나타내고 있어 잔차의 정규성을 만족하며, <Fig. 2-17(b)>에서 예측값과 표준화 잔차의 산점도를 살펴보면  $\pm 10$  이내의 수평 밴드 내에서 랜덤하게 퍼져 있으므로 오차가 등분산성을 만족하여 선택된 모형이 적절함을 알 수 있다. <Fig. 2-17(c)>의 히스토그램에서는 종 모양 형태에 가깝게 취하고 있어 정규분포를 만족한 것으로 판단할 수 있다. 다만 <Fig. 2-17(d)>의 대순서 그림에서 살펴보면  $\pm 10$  이내의 주기성과 같은 일정한 패턴이 나타나지 않았다.

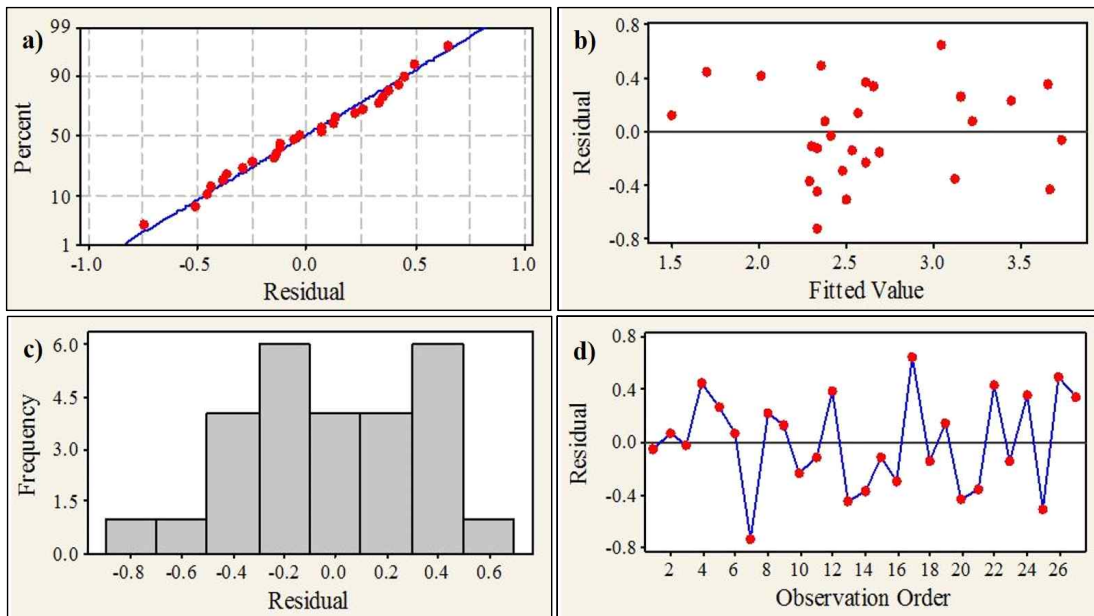


Fig. 2-17. The residual plots for a) Normal probability plot, b) Versus fits, c) Histogram, d) Versus order on particle size of microcapsules

마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3]에 대해서 독립변수의 선형, 제곱, 상호작용에 대한 반응표면분석을 수행하였다. 추정된 회귀계수 중 p-value 값이 큰 항  $X_2^2$ (p=0.375)  $X_4^4$ (p=0.633),  $X_1X_2$ (p=0.297),  $X_1X_3$ (p=0.805),  $X_2X_3$ (p=0.342),  $X_2X_4$ (p=0.379)를 제외시키고, 반응표면분석법으로 확인한 결과 아래와 같은 회귀다항식을 얻었다.

$$Y_2 = -249.186 + 158.987X_1 + 0.237X_2 - 24.711X_3 + 0.565X_4 - 16.780X_1^1 + 1.215X_3^3 - 0.375X_1X_4 + 0.103X_3X_4$$

여기서  $Y_2$ 은 반응표면분석법에서 반응치로 설정된 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3]이고, 계량인자인( $X_1, X_2, X_3, X_4$ )은 각각 방향유물질 비타민나무 열매 정유 함량, 비이온계면활성제 Tween80 함량 및 교반속도, 교반지속 시간이다. 회귀다항식의 각 계수와 유의성은 <Table 2-16>와 같다. 유의성 p-value를 살펴보면 비타민나무 열매 정유 함량의 일차항( $X_1^1$ )과 교반속도의 삼차항( $X_3^3$ ), 선형의 비타민나무 열매 정유 함량과 교반속도의 이차항( $X_1, X_3$ )이 회귀다항식에 가장 큰 영향을 미치는 것으로 나타났다. 회귀곡선에 대한 결정계수  $R^2$  값은 0.7157로 다소 높은 정확도가 나타났으며, ANOVA를 수행하였을 때(<Table 2-17>), 전체 모형의 F-value는 5.66로 높고 p-value는 0.001로 낮은 결과 값을 보여 유의성이 있다고 판단하였다. 단, 적합성결여(Lack of fit)의 p-value는 0.382 ( $p > 0.05$ )로서 신뢰성이 높지 않았다.

Table 12-16. Regression coefficients and significance for particle size of microcapsules

Factor	Coefficient	SE Coefficient	T-value	p-value
Constant	-249.186	102.885	-2.422	0.026*
X <sub>1</sub> (Sea Buckthorn oil)	158.987	49.876	3.188	0.005*
X <sub>2</sub> (Tween 80)	0.237	0.673	0.352	0.729
X <sub>3</sub> (Stirring speed)	-24.711	4.693	-5.266	0.000*
X <sub>4</sub> (Stirring duration)	0.565	1.310	0.431	0.671
X <sub>1</sub> <sup>1</sup>	-16.780	5.316	-3.156	0.005*
X <sub>3</sub> <sup>3</sup>	1.215	0.234	5.182	0.000*
X <sub>1</sub> X <sub>4</sub>	-0.375	0.255	-1.472	0.158
X <sub>3</sub> X <sub>4</sub>	0.103	0.054	1.927	0.070

\*means p<.5

Table 2-17. Results of ANOVA for particle size of microcapsules

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-value	p-value
Regression	8	8.30333	1.03792	5.66	0.001*
Linear	4	5.18594	1.29649	7.08	0.001
X <sub>1</sub>	1	1.86180	1.86180	10.16	0.005*
X <sub>2</sub>	1	0.02276	0.02276	0.12	0.729
X <sub>3</sub>	1	5.08032	5.08032	27.73	0.000*
X <sub>4</sub>	1	0.03410	0.03410	0.19	0.671
Square	2	4.95015	2.47508	13.51	0.000
X <sub>1</sub> <sup>1</sup>	1	1.82533	1.82533	9.96	0.005*
X <sub>3</sub> <sup>3</sup>	1	4.92075	4.92075	26.86	0.000*
2-way interaction	2	1.07752	0.53876	2.94	0.079
X <sub>1</sub> X <sub>4</sub>	1	0.39690	0.39690	2.17	0.158
X <sub>3</sub> X <sub>4</sub>	1	0.68062	0.68062	3.71	0.070
Residual Error	18	3.29814	0.18323		
Lack of fit	16	3.10567	0.19410	2.02	0.382
Pure Error	2	0.19247	0.09623		
Total	26				

\*means p<.5



<Fig. 2-18>과 <Fig. 2-19>은 마이크로캡슐의 입도평균 D[4,3] 대한 2차원 등고선도와 3차원 반응표면도를 제시한 결과이다. <Fig. 2-18(a)>와 <Fig. 2-19(a)>는  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)과  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)의 수준을 변화시키고,  $X_3$ (교반속도)는 10,000rpm,  $X_4$ (교반지속 시간)은 3분의 중간 수준에 고정하였을 때 입도평균 D[4,3]의 반응곡선을 의미한다. 등고선도와 반응표면도를 종합하여 해석하면, 종속변수인 마이크로캡슐 입도평균 D[4,3]은  $X_2$  값의 변화보다는  $X_1$  값의 변화에 더 영향을 받는 것을 알 수 있다. 즉,  $X_1$ 이 낮은 수준인 약 4.5(wt%) 이하일 때 입도평균 D[4,3]은 가장 작은 경향을 보이며 이 때에  $X_2$  값의 거의 모든 수준에 해당된다. <Fig. 2-18(b)>와 <Fig. 2-19(b)>에서는  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)과  $X_3$ (교반속도)의 수준을 변화시키고,  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)을 4.50(wt%)으로,  $X_4$ (교반지속 시간)을 3분의 중간 수준에 고정하였을 때 마이크로캡슐 입도평균 D[4,3]의 반응곡선을 나타낸다. 그 결과로서  $X_1$ 가 양쪽 끝 수준의 값을 갖는 방향이고  $X_3$ 가 중간 수준이 10,000rpm 있을 때 입도평균 D[4,3]은 최소값을 가짐을 알 수 있었다. <Fig. 2-18(c)>와 <Fig. 2-19(c)>에서는  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)을 4.50(wt%)에,  $X_3$ (교반속도)를 10,000rpm로 중간 수준에 고정하고  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)과  $X_4$ (교반지속 시간)의 수준을 변화시키면 마이크로캡슐 입도평균 D[4,3]의 반응곡선을 의미한다. 이 결과를 종합하면 입도평균 D[4,3]은  $X_1$ 가 양쪽 끝 수준의 값이고  $X_4$  수준이 5분일 때 최소값을 갖는다. <Fig. 2-18(d)>와 <Fig. 2-19(d)>는  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)와  $X_3$ (교반속도)와 수준을 변화시키면서  $X_1$ (비타민나무 열매 정유 함량)을 4.69(wt%)로,  $X_4$ (교반지속 시간)을 3분의 중간 수준에 고정하고 마이크로캡슐 입도평균 D[4,3]의 변화를 나타낸다. 그 결과로서  $X_2$ 의 모든 수준에서  $X_3$  수준이 10,000rpm 일 때 입도평균 D[4,3]은 최소값을 갖는다. 한편 <Fig. 2-18(e)>와 <Fig. 2-19(e)>에서는  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)을 4.69(wt%)로,  $X_3$ (교반속도)를 10rpm의 중간 수준에 고정하고  $X_4$ (교반지속 시간)과  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량) 수준을 변화시킬 때의 등고선도와 반응표면도이다. 이때에 마이크로캡슐 입도평균 D[4,3]은  $X_2$ 의 수준이 4.35(wt%) 이고  $X_4$  수준이 5분일 때 최소값을 갖는다고 해석할 수 있다. <Fig. 2-18(f)>와 <Fig. 2-19(f)>는  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)을 4.69(wt%)로,  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)를

4.50(wt%)의 중간 수준에 고정하고  $X_4$ (교반지속 시간)과  $X_3$ (교반속도)의 수준을 변화시키면서 마이크로캡슐 입도평균  $D[4,3]$ 의 변화를 고찰한 결과이다. 그 결과로서  $X_3$ 의 수준이 10,000rpm이고  $X_4$ 가 모든 수준에 있을 때 입도평균  $D[4,3]$ 은 최소값을 갖는다.  $X_3$ 가 10,000rpm이면서  $X_4$ 가 3분 이상인 경우에 입도평균  $D[4,3]$ 은 최소의 값을 가질 수 있음을 알 수 있다. 이상의 등고선과 반응표면도의 결과에서 마이크로캡슐 입도평균  $D[4,3]$ 의 예측성이 가장 높다고 판단되는 <Fig. 2-18(b)>와 <Fig. 2-19(b)>를 종합하여 <Fig. 2-20>에 제시하였다. 이는 앞에서 논의한 바와 같이  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 호합비율)과  $X_3$ (교반속도) 수준을 변화시키고,  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)을 4.50(wt%)으로,  $X_4$ (교반지속 시간)를 3분의 중간 수준에 고정하였을 때에 마이크로캡슐 입도평균  $D[4,3]$ 의 반응곡선을 나타낸다. 결론적으로  $X_1$ 가 양쪽 끝 수준의 값을 갖는 방향이고  $X_3$ 가 중간 수준인 10,000rpm으로 설정되면 입도평균  $D[4,3]$ 은  $1.6\mu\text{m}$  이하의 최소값을 갖는다.

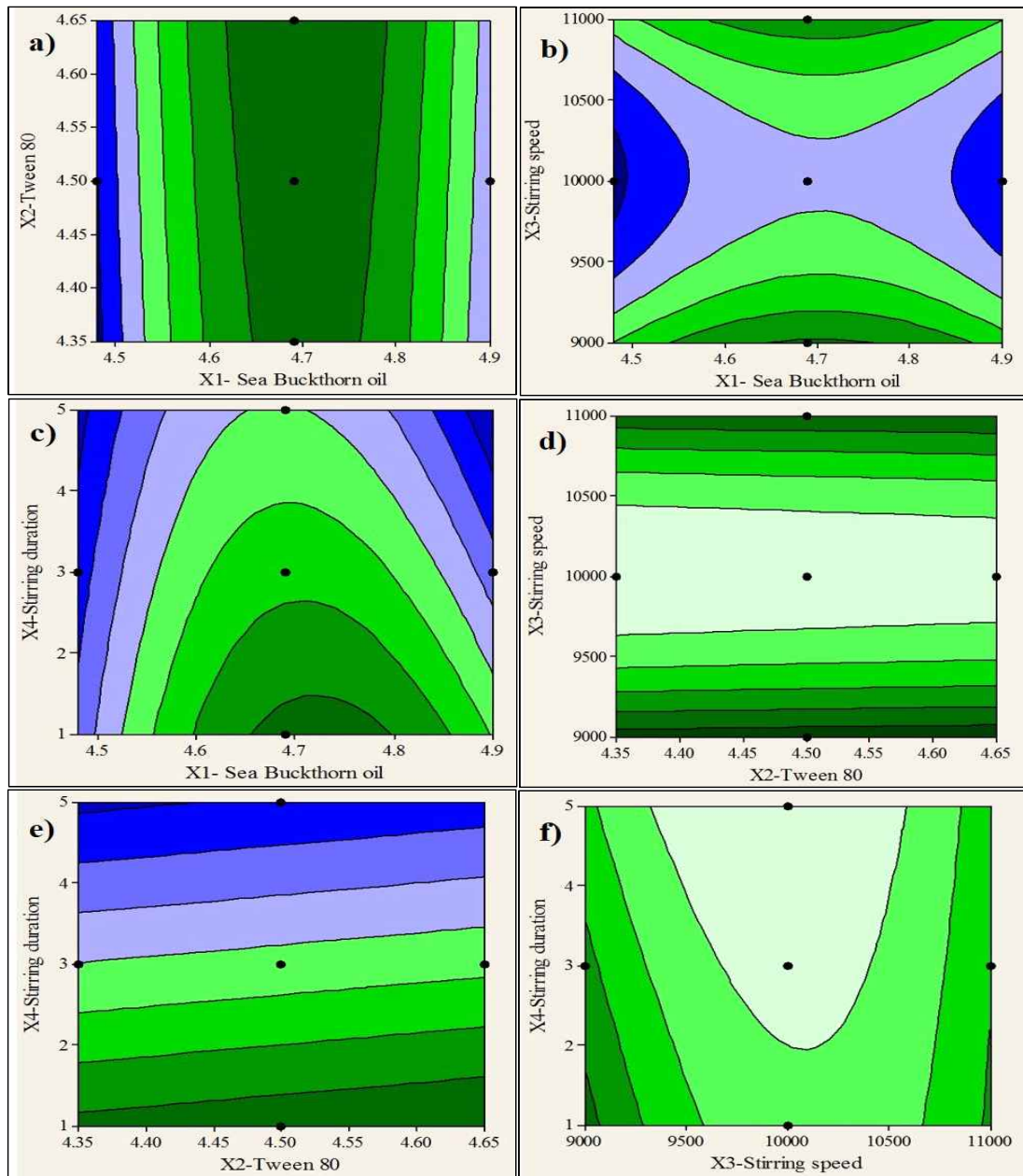


Fig. 2-18. Response contour plot showing combined effect: a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on particle size of microcapsules

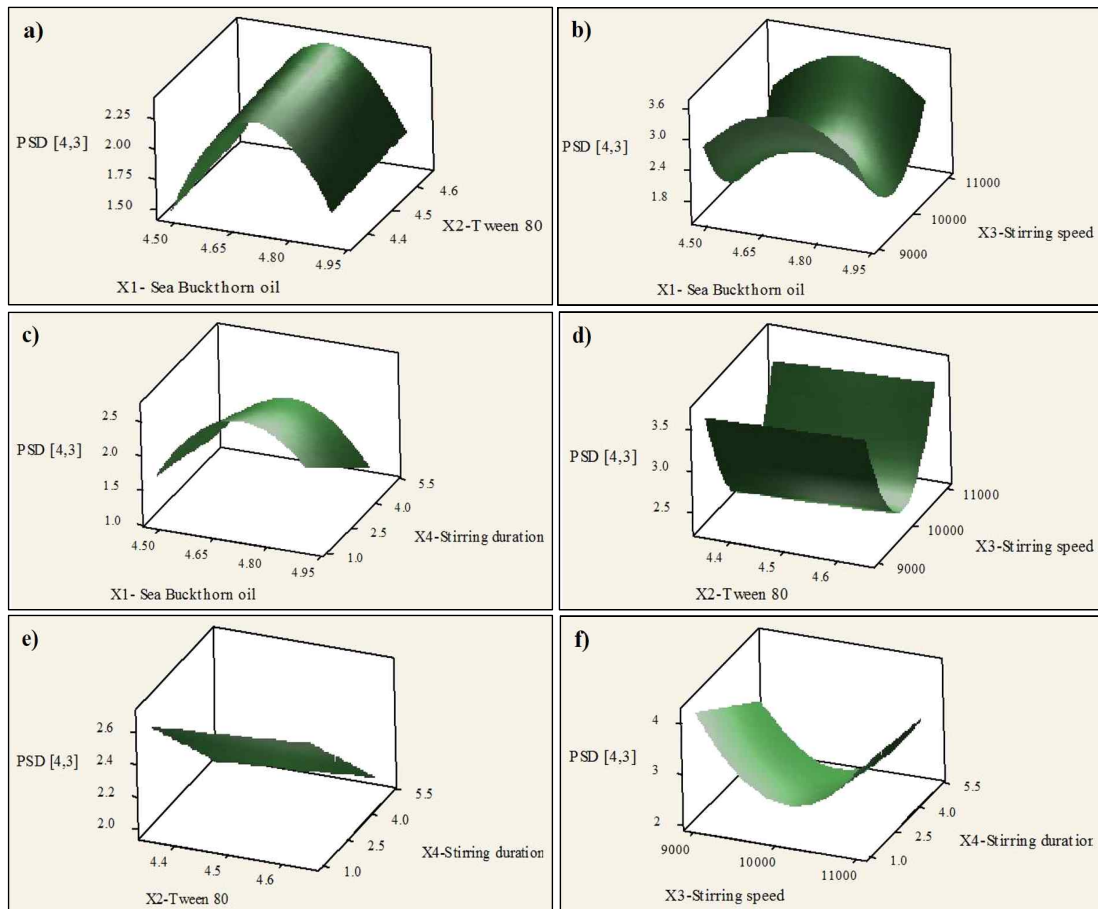


Fig. 2-19. Response surface plot showing combined effect: a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on particle size of microcapsules

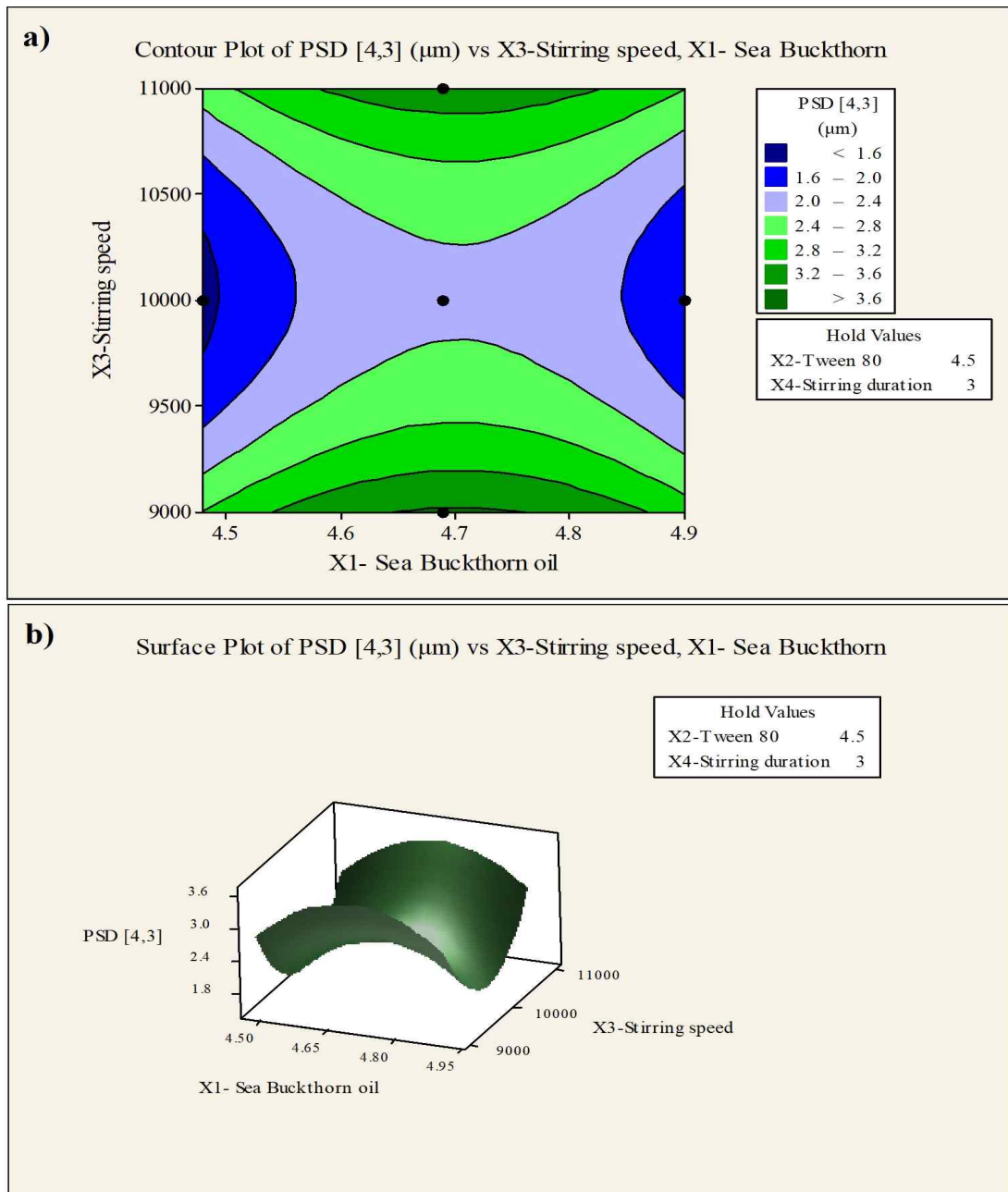


Fig. 2-20. Response contour plot and surface plot for PSD [4,3] indicating the effects of the mutual interactions on concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ) on PSD [4,3]: a) contour plots, b) surface plots

최적화 실험의 마지막 단계로서 <Table 2-18>에서와 같이 마이크로캡슐의 입도 평균 D[4,3]에 대한 최적화도를 제시하였다. 최적화도는 독립변수로 비타민나무 열매 정유 함량, 비이온계면활성제 Tween80 함량 및 교반속도, 교반지속 시간을 설정하고 반응치로 입도평균 D[4,3]을 설정하였다. 최적화 입도평균 D[4,3]의 목표값을 1.60 $\mu\text{m}$ 으로 하고, 상한값을 4.01 $\mu\text{m}$ 으로 그 이하의 최소값을 추구하는 조건으로 최적점을 도출하고자 하였다. 그 결과  $X_1$ (비타민나무 열매 정유 함량)이 4.90(wt%),  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80 함량)가 4.350(wt%),  $X_3$ (교반속도)가 9,949.5rpm 및  $X_4$ (교반지속 시간)가 5분일 때 최적의 입도평균 D[4,3]은 1.1770 $\mu\text{m}$ 로 추정된다.

Table 2-18. Response surface optimization of particle size of microcapsules

Optimal	$X_1$ - Sea Buckthorn oil	$X_2$ - Tween 80	$X_3$ - Stirring speed	$X_4$ - Stirring duration
High	4.90	4.650	11,000	5
Cur	[4.90]	[4.350]	[9,9495]	[5]
Low	4.480	4.350	9,000	1
PSD[4,3] ( $\mu\text{m}$ ) Minimum $y = 1.1770$ $d = 1.0000$				

### 3) 입도분포 (Span)의 최적화 모델링

반응표면분석 실험계획에 의해 제조된 마이크로캡슐의 입도분포(Span)의 결과는 앞에서 언급한 바와 같이 <Table 2-12>에 제시하였다. 입도분포(Span) 값은 1.507~4.112의 범위를 나타내었으며, 얻어진 2차 모델식에 대한 적합성은 오차항에 대한 잔차분석을 통하여 확인할 수 있다. 이에 마이크로캡슐의 입도분포(Span)의 결정도에 대한 잔차분석 결과를 <Fig. 2-21>에 제시하였다. 표준화 잔차의 정규 확률도인 <Fig. 2-21(a)>에서 알 수 있듯이 데이터들이 직선적으로 분포됨에 따라 정규 분포를 나타내고 있어서 잔차의 정규성을 충족시키는 것으로 나타났다. 또한 <Fig. 2-21(b)>에서 예측값과 표준화 잔차의 산점도를 살펴보면  $0.5 \pm 1.5$  이내의 수평 밴드 내에서 랜덤하게 분포되어 있어 등분산성을 만족하고 있다. 그러나 <Fig. 2-21(c)>의 히스토그램에서 종 모양 형태를 취하고 있지 못하여 정규분포라고 확인하기에는 부족하였다. 또한 <Fig. 2-21(d)>의 대순서 도시화에서 살펴보면  $0.5 \pm 1.5$  이내의 주기성과 같은 일정한 패턴이 나타나지 못하고 있었다.

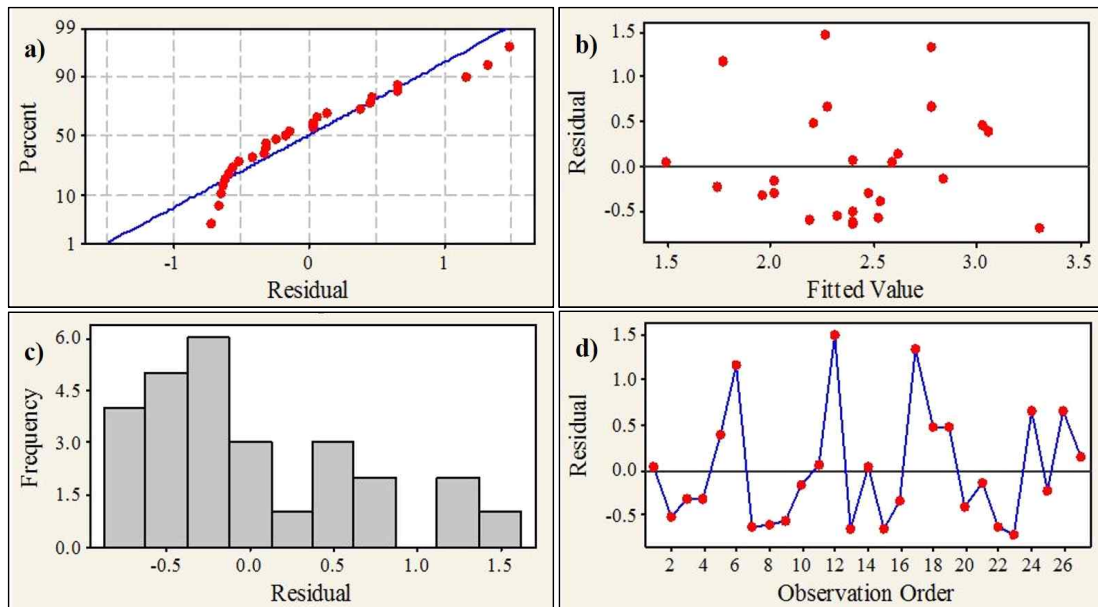


Fig. 2-21. The residual plots for a) Normal probability plot, b) Versus fits, c) Histogram, d) Versus order on particle distribution (Span)



마이크로캡슐의 입도분포 Span에 대해서 독립변수의 선형, 제곱, 상호작용에 대해 반응표면분석을 수행하였다. 추정된 회귀계수 중 p-value 값이 큰 항  $X_1^1$ (p=0.941),  $X_2^2$ (p=0.718),  $X_3^3$ (p=0.372),  $X_4^4$ (p=0.746),  $X_1X_3$ (p=0.761),  $X_1X_4$ (p=0.863),  $X_2X_3$ (p=0.323),  $X_3X_4$ (p=0.331)를 제외시키고, 아래와 같은 회귀다항식을 얻었다.

$$Y_3 = 238.879 - 47.664X_1 - 53.123X_2 + 0.124X_3 - 4.712X_4 + 10.671X_1X_2 + 1.023X_2X_4$$

여기서  $Y_3$ 는 반응표면분석법에서 반응치로 설정된 마이크로캡슐의 입도분포 Span 값이고, 계량인자인( $X_1, X_2, X_3, X_4$ )은 각각 비타민나무 열매 정유 함량, 비이온 계면활성제 Tween80 함량 및 교반속도, 교반지속 시간이다. 회귀다항식의 각 계수와 유의성은 <Table 2-19> 같다. 유의성 p-value를 살펴보면 모든 인자들이 유의성 p값이 높아서 회귀다항식의 예측성을 보장하기 어려운 것으로 나타났다. 회귀곡선에 대한 결정계수  $R^2$  값은 0.3011로 정확도가 떨어지며, <Table 2-20>와 같이 ANOVA를 수행하였을 때, 전체 모형의 F-value는 1.44이었으며 p-value는 0.250로서 유의적이지 않았다. 적합성 결여(Lack of fit)의 p-value 값이 0.000로 ( $p > 0.05$ )이로서 보다 작으므로, 현재의 모델에 결과가 적합하지 않은 것으로 판단하였다.



Table 2-19. Regression coefficients and significance for particle distribution (Span)

Factor	Coefficient	SE Coefficient	T-value	p-value
Constant	238.879	121.671	1.963	0.064
X <sub>1</sub> (Sea Buckthorn oil)	-47.664	25.859	-1.843	0.080
X <sub>2</sub> (Tween 80)	-53.123	27.022	-1.966	0.063
X <sub>3</sub> (Stirring speed)	0.124	0.171	0.725	0.477
X <sub>4</sub> (Stirring duration)	-4.712	2.715	-1.735	0.098
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	10.671	5.744	1.858	0.078
X <sub>2</sub> X <sub>4</sub>	1.023	0.603	1.697	0.105

Table 2-20. Results of ANOVA for particle distribution (Span)

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-value	p-value
Regression	6	4.5132	0.75221	1.44	0.250
Linear	4	3.6654	0.91636	1.75	0.179
X <sub>1</sub>	1	1.7794	1.77941	3.40	0.080
X <sub>2</sub>	1	2.0241	2.02414	3.86	0.063
X <sub>3</sub>	1	0.2755	0.27547	0.53	0.477
X <sub>4</sub>	1	1.5774	1.57737	3.01	0.098
2-way interaction	2	3.3159	1.65793	3.17	0.064
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	1	1.8077	1.80773	3.45	0.078
X <sub>2</sub> X <sub>4</sub>	1	1.5081	1.50812	2.88	0.105
Residual Error	20	10.4745	0.52373		
Lack of fit	18	10.4741	0.58189	2859.50	0.000
Pure Error	2	0.0004	0.00020		
Total	26				

<Fig. 2-22>와 <Fig. 2-23>은 마이크로캡슐의 입도분포 Span에 대한 등고선도와 반응표면도를 각각 2차원과 3차원 평면으로 도식화한 결과이다. <Fig. 2-22(a)>와 <Fig. 2-23(a)>에서  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)과  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)의 수준을 변화시키고,  $X_3$ (교반속도)는 10,000rpm,  $X_4$ (교반지속 시간)은 3분의 중간 수준에 고정하였을 때에 입도분포 Span의 반응곡선을 의미한다. 이들 등고선도와 반응표면도를 종합하여 해석하면,  $X_1$ (비타민나무 열매 정유 함량)과  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80 함량)의 수준을 변화시키면 Span 값은  $X_1$ 의 수준이 4.90(wt%)이고  $X_2$ 가 4.35(wt%) 수준에 있을 때 가장 바람직한 최소값을 갖는다. <Fig. 2-22(b)>와 <Fig. 2-23(b)>는  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 호합비율)과  $X_3$ (교반속도) 수준을 변화시키고,  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80 함량)을 4.50(wt%)으로,  $X_4$ (교반지속 시간)을 3분의 중간 수준에 고정하였을 때에 마이크로캡슐 입도분포 Span의 반응곡선을 나타내는데, Span 값이 최소화될 수 있는 범위는  $X_1$  수준이 4.50(wt%)에 있고  $X_3$ 가 9,000rpm일 때로 확인되었다. <Fig. 2-22(c)>와 <Fig. 2-23(c)>는  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80 함량)를 4.50(wt%)에,  $X_3$ (교반속도)를 10,000rpm로 중간 수준에 고정하고  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)과  $X_4$ (교반지속 시간)의 수준을 변화시키면,  $X_1$ 의 수준이 4.50(wt%)이고  $X_4$ 가 5분일 때 Span 은 바람직한 최소값을 갖는다. <Fig. 2-22(d)>와 <Fig. 2-23(d)>에서는  $X_3$ (교반속도)와  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량) 수준을 변화시키면서  $X_1$ (비타민나무 열매 정유 함량)을 4.69(wt%)로,  $X_4$ (교반지속 시간)을 3분의 중간 수준에 고정하였을 경우에 Span의 반응곡선을 나타낸다. 이 때 Span 값은  $X_2$ 의 모든 수준에서  $X_3$  수준이 9,000rpm 일 때 최소값을 갖는 것으로 보인다. <Fig. 2-22(e)>와 <Fig. 2-23(e)>에서는  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)을 4.69(wt%)로,  $X_3$ (교반속도)를 10rpm의 중간 수준에 고정하고  $X_4$ (교반지속 시간)과  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량) 수준을 변화시킬 때의 Span값에 대한 등고선도와 반응표면도이다. Span 값은  $X_2$ 의 수준이 4.65(wt%)이고  $X_4$  수준이 1분과 2.5분 사이에서 있을 때에 최소값을 갖는 것으로 나타났다. 마지막으로 <Fig. 2-22(f)>와 <Fig. 2-23(f)>의 등고선도와 반응 표면도는  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)을 4.69(wt%)로,  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)를 4.50(wt%)의 중간 수준에 고정하고  $X_4$ (교반지속 시간)과  $X_3$ (교반속도)의 수준을 변화시키면서 입

도분포 Span의 변화를 고찰한 결과이다. 그 결과 Span 값은  $X_3$ 의 수준이 9,000rpm이고  $X_4$ 가 모든 수준이 있을 때 최소값을 갖는 것을 알 수 있었다.

이상의 등고선과 반응표면도의 결과에서 마이크로캡슐 입도분포 Span의 예측성이 가장 높다고 판단되는 <Fig. 2-22(a)>와 <Fig. 2-23(a)>를 종합하여 <Fig. 2-24>에 제시하였다. 이는 앞에서 논의한 바와 같이  $X_3$ (교반속도)를 10,000rpm에,  $X_4$ (교반지속 시간)을 3분의 중간 수준에 고정하고,  $X_1$ (비타민나무 열매 정유의 함량)과  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80의 함량)의 수준을 변화시킨다면,  $X_1$ 의 수준이 4.90(wt%)이고  $X_2$ 가 4.35(wt%) 수준에 있을 때 Span은 약 2.0~2.2 범위의 최소값을 갖는 것으로 예측된다.

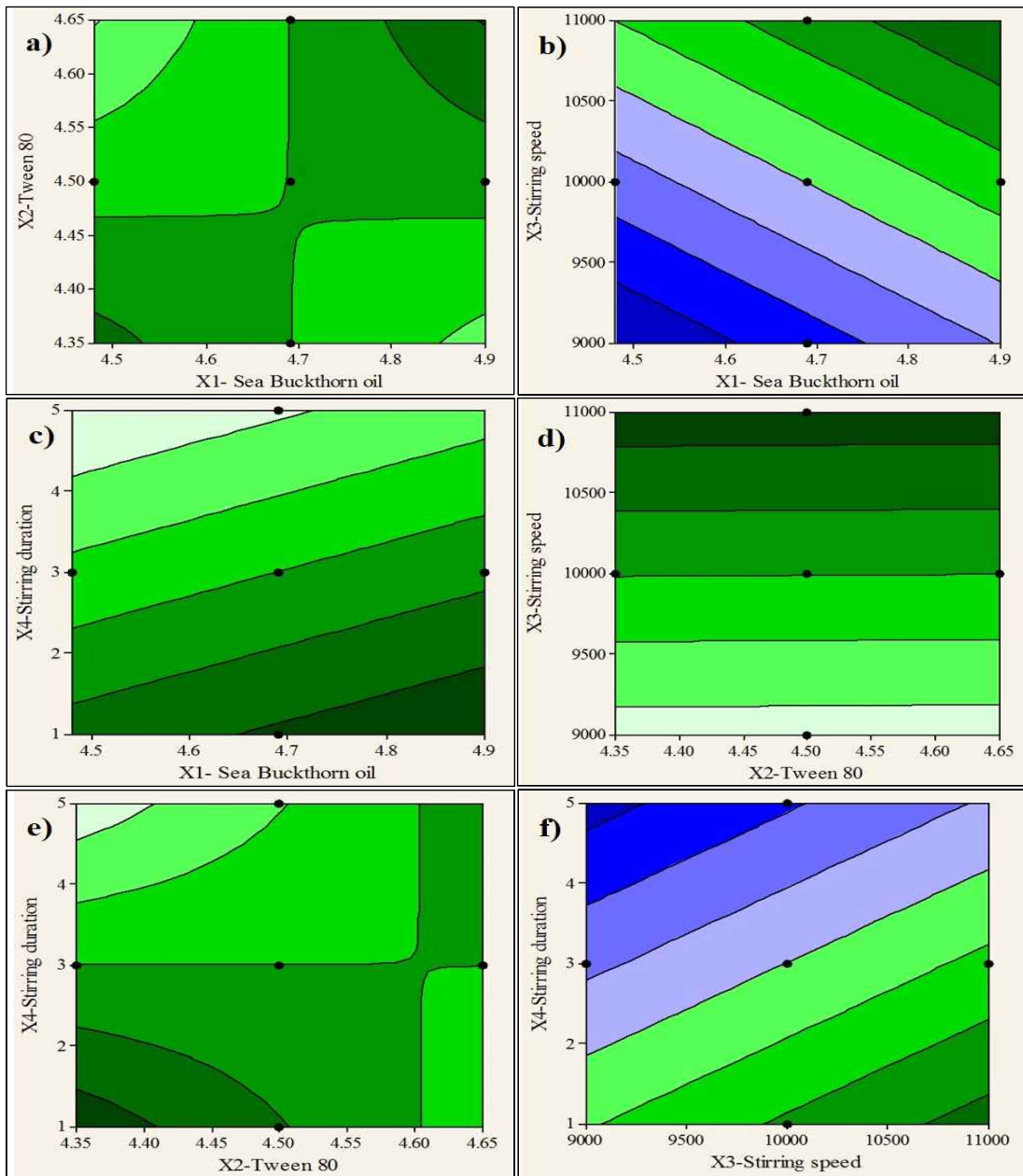


Fig. 2-22. Response contour plot showing combined effect a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on particle distribution (Span)

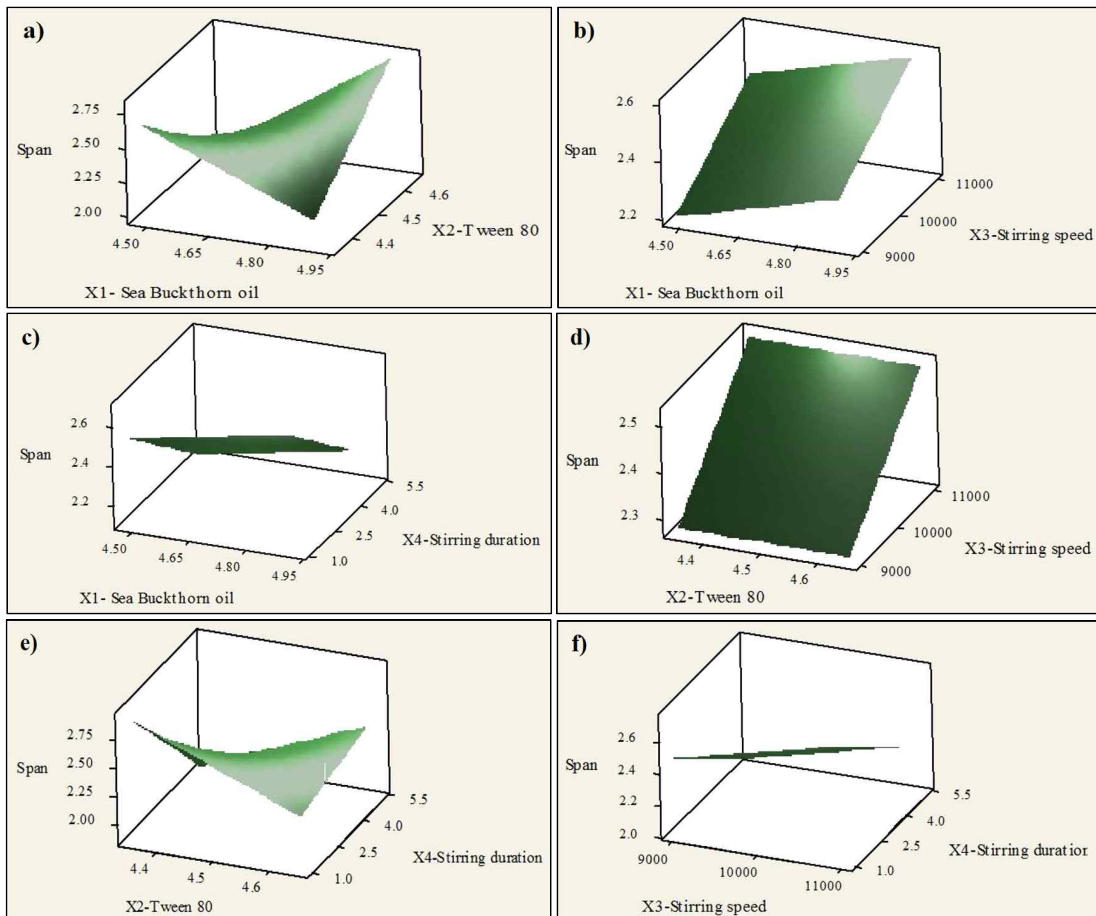


Fig. 2-23. Response surface plot showing combined effect a) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ), b) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), c) concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and stirring duration, d) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring speed ( $X_3$ ), e) concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) and stirring duration ( $X_4$ ), f) stirring speed ( $X_3$ ) and stirring duration ( $X_4$ ) on span distribution of microcapsules

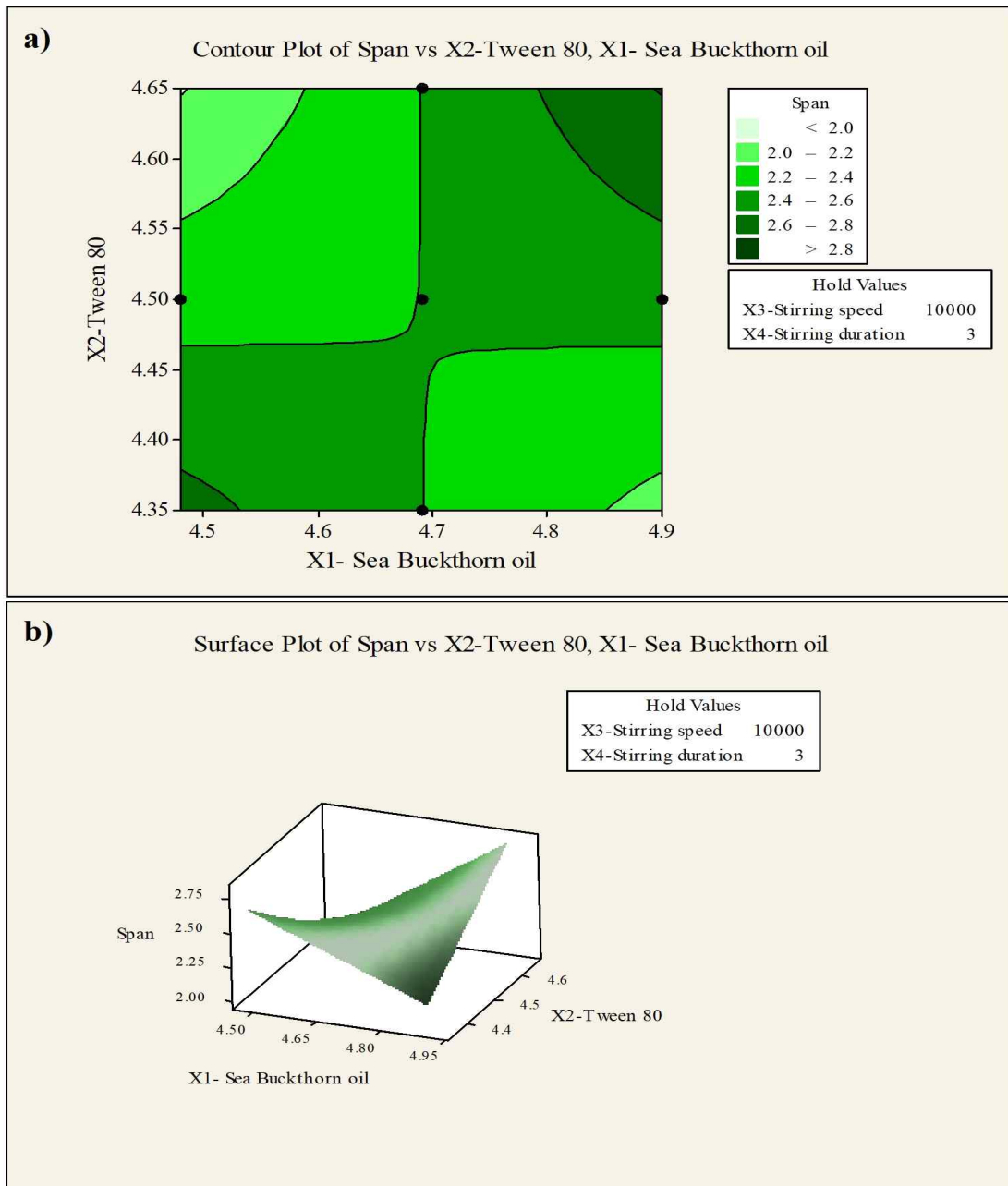


Fig. 2-24. Response contour plot and surface plot for Span indicating the effects of the mutual interactions on concentration of Sea Buckthorn oil ( $X_1$ ) and concentration of Tween 80 ( $X_2$ ) on Span: a) contour plots, b) surface plots

최적화 실험의 마지막 단계로서 마이크로캡슐의 입도분포 Span에 대한 최적화 도를 <Table 2-21>에 제시하였다. 최적화도는 독립변수로 비타민나무 열매 정유 함량, 비이온계면활성제 Tween80 함량 및 교반속도, 교반지속 시간을 설정하고 반응치로 입도분포 Span을 설정하였다. 최적화 입도분포 Span의 목표값을 1.50으로 하고, 그 상한값을 4.112로 하여 그 이하의 최소값을 추구하는 조건으로 최적점을 도출하고자 하였다. 그 결과  $X_1$ (비타민나무 열매 정유 함량)이 4.90(wt%),  $X_2$ (비이온계면활성제 Tween80 함량)가 4.350(wt%),  $X_3$ (교반속도)가 9,000rpm 및  $X_4$ (교반지속 시간)가 5분일 때 최적의 입도분포 Span의 값은 1.4961로 추정되었다.

Table 2-21. Response surface optimization of particle distribution (Span)

Optimal	$X_1$ - Sea Buckthorn oil	$X_2$ - Tween 80	$X_3$ - Stirring speed	$X_4$ - Stirring duration
High	4.90	4.650	11,000	5
Cur	[4.90]	[4.350]	[9,000]	[5]
Low	4.480	4.350	9,000	1
Span (-) Minimum $y = 1.4961$ $d = 1.0000$				



#### 4) 마이크로캡슐의 최적 배합비 도출 및 검증

중첩 등고선도는 주어진 반응영역들 사이의 면적인 최적조건 영역을 나타내므로 여러 개 반응변수의 목표값을 만족하는 최적 배합비 도출을 위해서 Minitab 16(Minitab Inc., Statistical Software)의 반응 최적화 도구를 사용하여 최적 배합비를 도출하였다. <Table 2-22>에 제시한 바와 같이 마이크로캡슐의 수율은 14.254(%) 이상의 최고값을 추구하고, 입도평균 D[4,3]는 4.11 $\mu$ m 이하의 최소값을 추구하고, 입도분포 Span 값은 2.01 이하의 최소값을 추구하는 조건으로 하는 최적점을 도출하고자 하였다. 이에 반응표면분석법의 반응 최적화 결과를 <Table 2-23>에 제시하였는데, 비타민나무 열매 정유 함량은 4.480(wt%), 비이온계면활성제 Tween80 함량은 4.5803(wt%), 교반속도는 10.3535rpm, 교반시간은 3분 3434초가 최적 배합으로 도출되었다. 이때 각 반응변수 별 결과에 대한 적합성 d는 수율이 0.70707, 입도평균 D[4,3]는 0.99147, 입도분포 Span은 0.73902로 나타났다. 이 모델의 전체 설명력은 80.323%로 목표성능을 위한 독립변수의 최적 배합비와 반응변수의 추정값은 <Table 2-24>와 같이 정리할 수 있다.

Table 2-22. Lower limit and upper limit of responses for microcapsules

Response factors	Goal	Lower limit	Upper limit
Microencapsulation yield (%)	Maximize	14.254	-
Particle size diameter D[4,3] ( $\mu$ m)	Minimize	-	4.11
Particle distribution (Span) (-)	Minimize	-	2.01

Table 2-23. Response surface optimization of microcapsules

Optimal	X <sub>1</sub> - Sea Buckthorn oil	X <sub>2</sub> - Tween 80	X <sub>3</sub> - Stirring speed	X <sub>4</sub> - Stirring duration
High	4.90	4.650	11,000	5
Cur	[4.480]	[4.5803]	[10,3535]	[3.3434]
Low	4.480	4.350	9,000	1
Composite Desirability 0.80323				
MY(%) Maximum y = 35.8946 d = 0.70707				
PSD[4,3] ( $\mu\text{m}$ ) Minimum y = 1.6199 d = 0.99174				
Span (-) Minimum y = 2.1817 d = 0.73902				

Table 2-24. Numerical optimization of factors

Factors	Level / goal			Numerical optimization
	Low limits	Center points	High limits	
X1; Sea Buckthorn oil	4.48	4.69	4.90	4.480
X2; Tween 80	4.35	4.50	4.65	4.5803
X3; Stirring speed (rpm)	9,000	10,000	11,000	10.3535
X4; Stirring duration (min)	1	3	5	3.3434
Microencapsulation yield (%)	Maximize			35.895
Particle size diameter D[4,3] ( $\mu\text{m}$ )	Minimize			1.620
Particle distribution (Span) (-)	Minimize			2.182

### 3.2.3. 최적화 마이크로캡슐의 물리적 성질

#### 1) FE-SEM 이용한 표면관찰

최적화 모델링에서 도출한 최적 제조조건으로 제조한 비타민나무 열매 정유를 함유한 키토산-아라비아검 마이크로캡슐의 FE-SEM 촬영 사진은 <Fig. 2-25>와 같다. 관찰 배율에 따라 사진을 살펴보면 마이크로캡슐이 균일하고 안정적인 구의 형태를 보이며 약간은 뭉치기도 하였다. 이는 마이크로캡슐 슬러리를 원심분리한 후에 건조시키는 과정에서 마이크로캡슐이 서로 부착되어 뭉쳐졌기 때문으로 생각된다. 그러나 대체로 마이크로캡슐이 구의 형태를 나타내고 있어서 마이크로캡슐이 적절하게 형성된 것으로 보인다.

#### 2) 입도평균 D[4,3] 및 입도분포

마이크로캡슐의 수율과 입도평균 D[4,3] 및 입도분포 Span에 대하여 최적화 모델링에 의해 예측된 값과 실제 최적화조건으로 제작된 마이크로캡슐로부터 얻은 실험 값을 비교하였다. 동일한 조건으로 3회 반복 실험하여 마이크로캡슐을 제조하여 얻은 마이크로캡슐 수율과 입도평균 D[4,3] 및 입도분포 값을 <Table 2-25>에 제시하였다. 마이크로캡슐 수율은 최적화 모델에 의한 예측값이 35.895인데, 실험에 의해 얻은 값은 30.087로 예측값에 비해 실험값이 다소 낮은 것으로 나타났다. 마이크로캡슐의 입도평균은 최적화 모델에 의한 예측값이 1.62 $\mu\text{m}$ 이며 실험에 의한 측정값은 평균 1.94 $\mu\text{m}$ 로 입자크기가 다소 더 크게 나왔다. 입도분포 Span은 최적화 모델에 의한 예측값은 2.181인데 실험값은 1.733으로 예측값보다 더 낮은 실험값을 얻을 수 있었다. 이 중에서 최적화 모델링의 유의성이 가장 높았던 마이크로캡슐 입도평균에 대해서 실험에 의해 얻은 마이크로캡슐의 입도 반경에 따른 분포를 <Fig. 2-26>에 제시하였다. 실험 1차, 2차 3차에 해당되는 M1, M2, M3의 입도반경의 분포가 비교적 서로 일치하는 경향이며, 앞에서 <Table 2-11>의 입도분포 프로파일에서 언급한 바와 같이 단봉분포(Unimodal distribution)에 포함되는 형태를 띠고 있음을 알 수 있다.

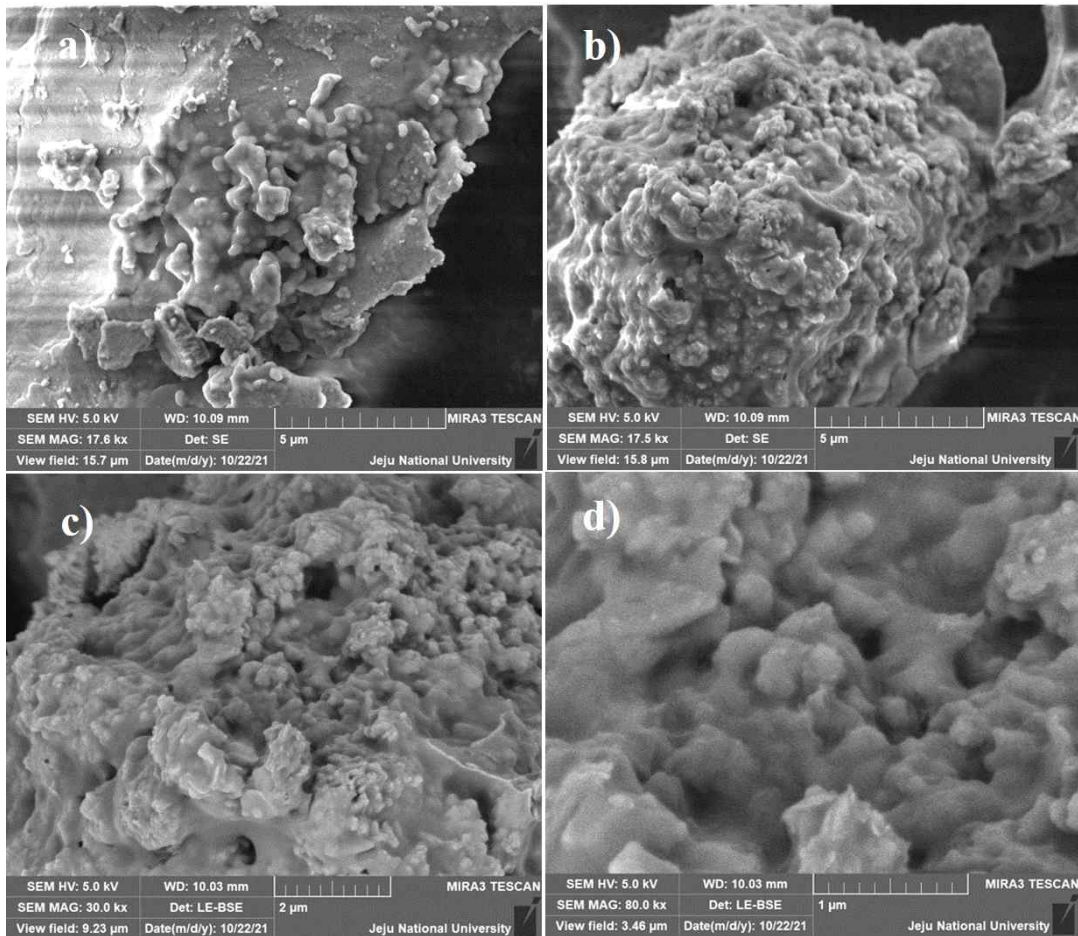


Fig. 2-25. Surface morphology with SEM micrographs (sem mag: 30.0 kx) of microcapsule a) 5µm, b) 5µm, c) 2µm, d) 1µm

Table 2-25. Experimental results compared with predicted values

Factor	Experimental results				Predicted values
	1	2	3	Average	
Microencapsulation yield (%)	30.276	29.089	30.897	30.087	35.895
Particle size diameter D[4,3] (µm)	1.98	1.88	1.97	1.94	1.62
Particle distribution (Span) (-)	1.615	1.716	1.867	1.733	2.182

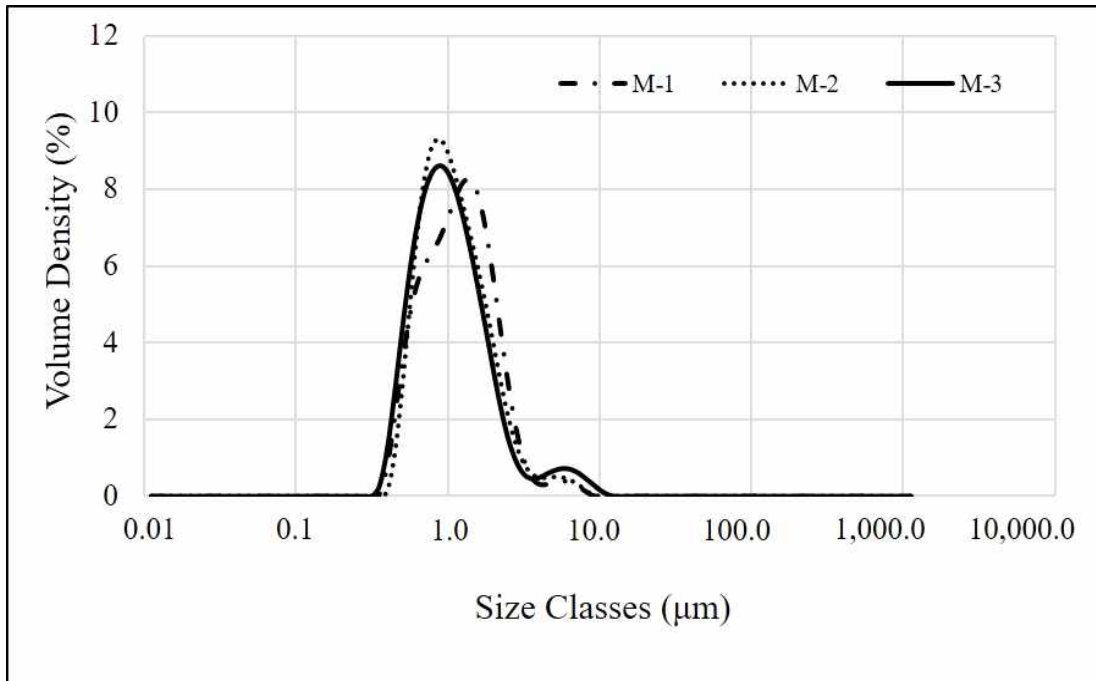


Fig. 2-26. Experimental results of particle size distribution under optimized conditions

### 3) 적외선 흡수 스펙트럼 (FT-IR)

비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐의 심물질과 벽물질의 형성을 확인하기 위하여, 마이크로캡슐의 외벽을 이루는 키토산(Chitosan), 아라비아검(Arabic gum) 및 이들을 벽물질로 하고 비타민나무 열매 정유를 심물질로 하여 제조한 코아세르베이션 마이크로캡슐의 FT-IR 분석을 실시하였다. <Fig. 2-27>은 마이크로캡슐의 벽물질로 사용한 키토산의 FT-IR 스펙트럼으로 지방족 포화 탄화수소인 알칸 화합물의 OH에 의한 대칭적인 신축 진동 흡수 피크가  $3195.29\text{cm}^{-1}$ 와  $2815.08\text{cm}^{-1}$  영역에서 각각 나타났으며, 카르복실의  $\text{-C=O}$ 는  $1634.49\text{cm}^{-1}$ ,  $1538.18\text{cm}^{-1}$ ,  $1403.11\text{cm}^{-1}$  영역에서 그 피크가 나타났다. 또한 C-O 신축 흡수 피크가  $1153.12\text{cm}^{-1}$ ,  $1063.39\text{cm}^{-1}$ ,  $1019.39\text{cm}^{-1}$ ,  $894.62\text{cm}^{-1}$  영역에서 모두 4개 나타났다. <Fig. 2-28>에서는 마이크로캡슐의 벽물질로 사용한 아라비아검의 IR 스펙트럼으로서 OH에 의한 대칭적인 신축 진동 흡수 피크가  $3294.62\text{cm}^{-1}$ ,  $2923.15\text{cm}^{-1}$  영역에서 2개로 나타나 있으며, 카르복실의  $\text{-C=O}$ 는 비교적 높은  $1599.35$ ,  $1415.18\text{cm}^{-1}$  영역에서 그 피크가

나타난 것을 알 수 있었다. 그리고 C-O 신축 흡수 피크가  $1015.31\text{cm}^{-1}$  영역에서 나타났다. 마지막으로 비타민나무 열매 정유를 함유하는 코아세르베이션 마이크로캡슐의 코아세르베이션 마이크로캡슐의 IR 스펙트럼은 <Fig. 2-29>과 같다. 지방족 포화 탄화수소인 알칸 화합물의 OH에 의한 대칭적인 신축 진동 흡수 피크가  $3298.30\text{cm}^{-1}$  및  $2923.62\text{cm}^{-1}$ ,  $2854.46\text{cm}^{-1}$  영역에서 3개로 나타나있으며, 카르복실의  $\text{-C=O}$ 는  $1744.99$ ,  $1598.15$ ,  $1412.13$ ,  $1318.86\text{cm}^{-1}$  영역에서 피크가 나타내었다. 그리고 C-O 신축 흡수 피크가  $1011.90\text{cm}^{-1}$ 영역에서 1개로 나타내었다. 이상의 결과에서 최적화 모델링의 최적조건으로 제조된 마이크로캡슐은 벽물질인 키토산과 아라비아검, 심물질인 비타민나무 열매 정유가 모두 포함되어 제조되었음을 확인할 수 있었다.

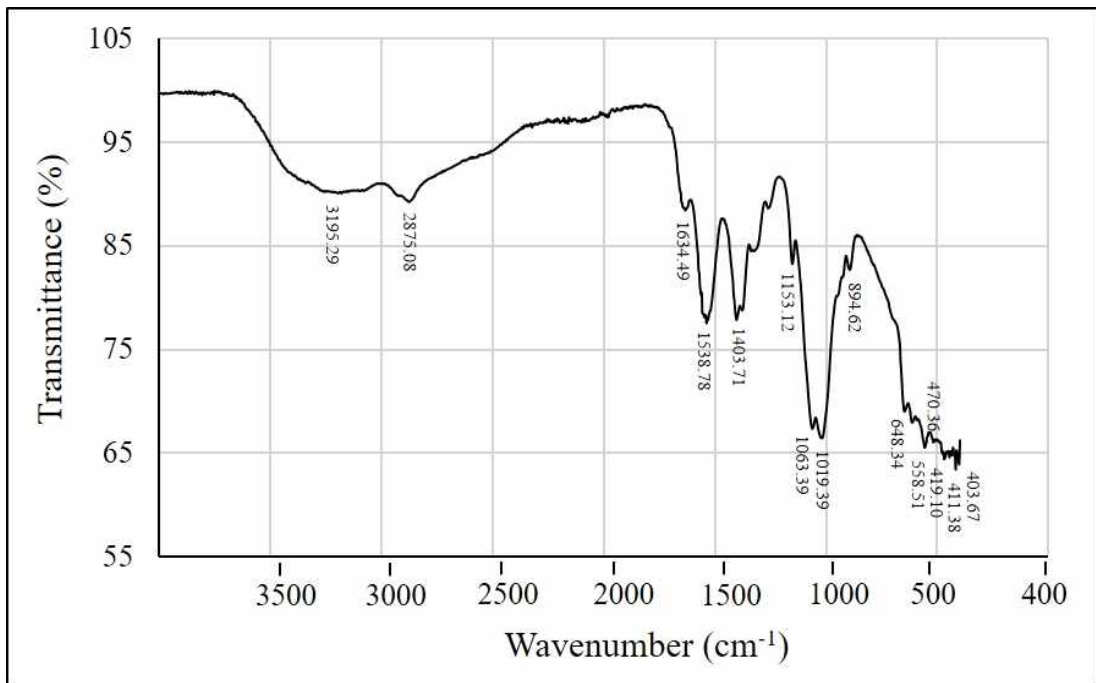


Fig. 2-27. FT-IR spectrum of chitosan

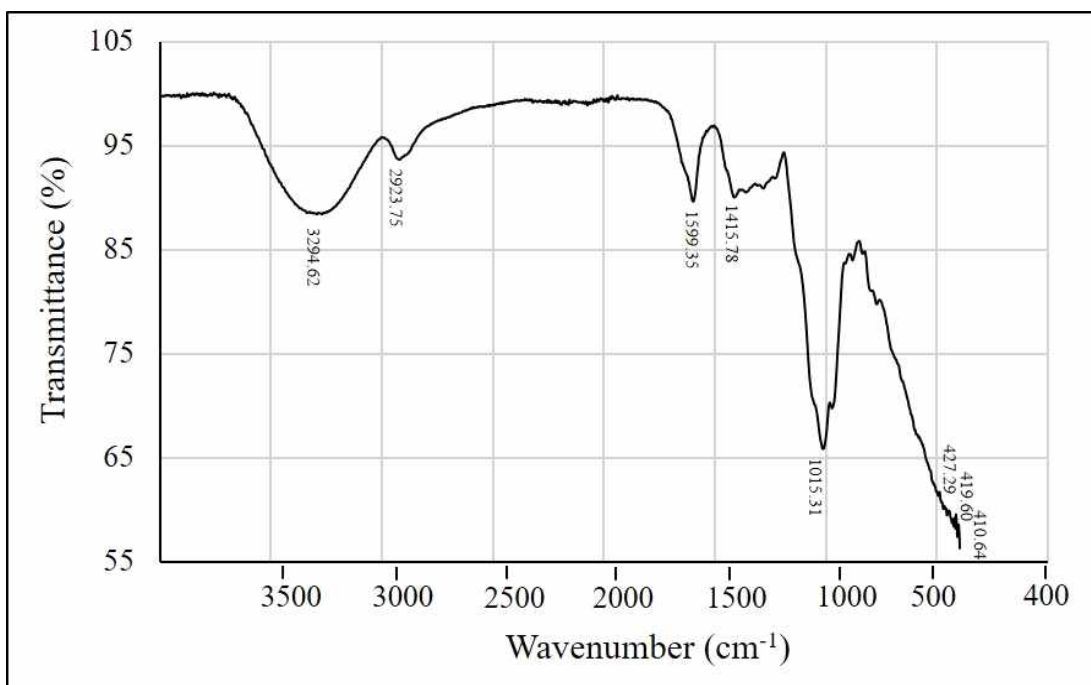


Fig. 2-28. FT-IR spectrum of arabic gum

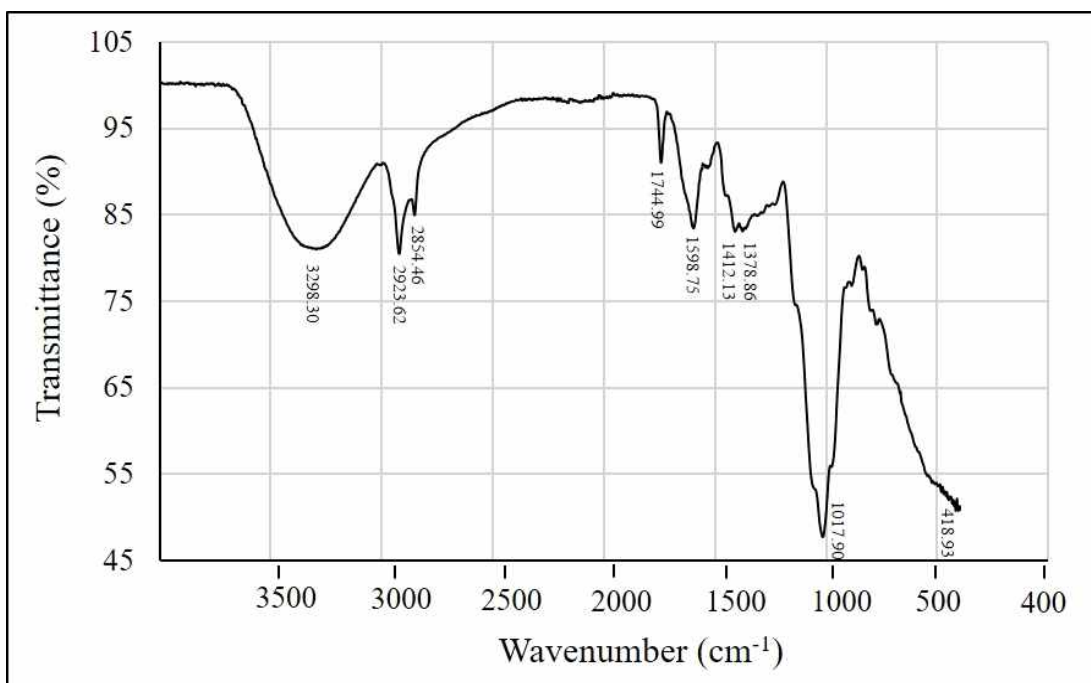


Fig. 2-29. FT-IR spectrum of microcapsule containing Sea Buckthorn oil



#### 4) 정유의 흡광도와 방출거동

마이크로캡슐로부터 정유의 방출거동을 고찰하기 위하여, 우선 비타민나무 열매 정유의 흡광도 및 표준 검량선 분석한 결과는 다음과 같다. 비타민나무 열매 정유의 흡광도를 측정하기 위해 n-hexane 85%를 5 $\mu$ L/mL, 10 $\mu$ L/mL, 15 $\mu$ L/mL, 20 $\mu$ L/mL, 25 $\mu$ L/mL의 농도로 준비하여 최대흡수파장을 측정하였다. <Fig. 2-30>에서 n-hexane을 대조구로 하여 측정한 결과 자외선 가시광선 영역에서는 425, 450nm와 472nm에서 흡광 피크가 나타났다. 자외선 표준 교정 곡선 검량선은 <Fig. 2-31>와 같이 비타민나무 열매 정유 농도를 x 축, 흡광도의 양을 축으로 하여 결정하여, 표준 곡선의 방정식은  $y = 0.0388X - 0.0003$ , 상관계수는  $R^2 = 1.000$ 로 나타났다. 따라서 우수한 선형관계를 보임을 알 수 있으며, 비타민나무 열매 정유의 최대흡수파장은  $\lambda = 472\text{nm}$ 으로 결정하였다.

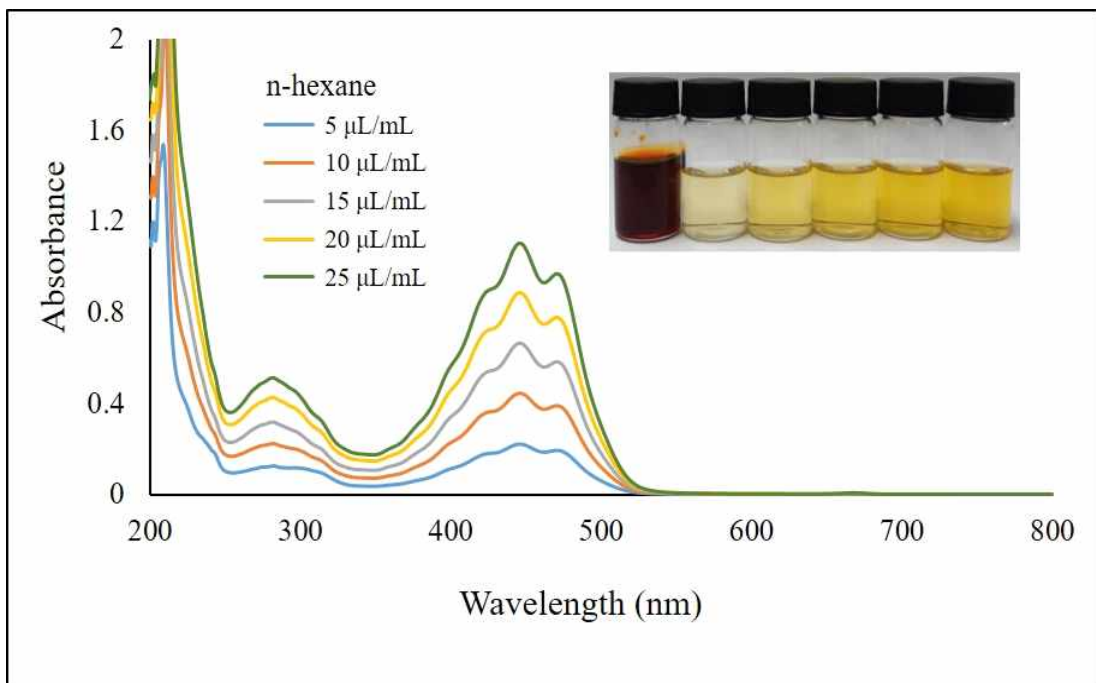


Fig. 2-30. UV-Vis absorbance curve of Sea Buckthorn oil

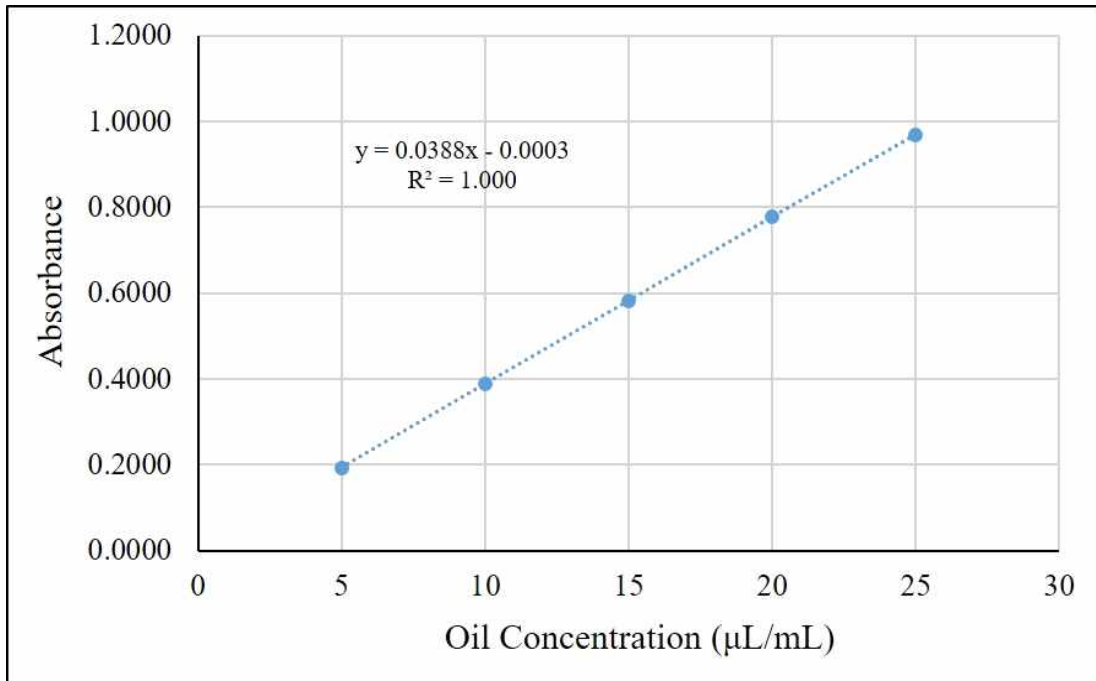


Fig. 2-31. Calibration curve for absorbance of Sea Buckthorn oil (n-hexane)

최적조건으로 제조한 마이크로캡슐 내 비타민나무 열매 정유의 방출거동을 알아보기 위해 일정양의 n-hexane 용액에 분말화한 마이크로캡슐을 첨가하고 교반시키며 0 h에서 2 h마다 소량을 채취하여 UV/Vis를 통해 72 h 동안 방출거동을 알아보았다. 그 결과는 <Fig. 2-32>에 나타내었으며 0 h에서 마이크로캡슐을 n-hexane 용액에 투입하자마자 정유의 방출이 일어나기 시작하여 두 시간(2h)까지 방출율이 유사하게 지속되었으며, 두 시간 이후부터는 방출율이 서서히 감소하기 시작하였다. 방출율의 감소는 48시간 후까지 그 감소가 계속되다가 그 이후에는 변화가 거의 일어나지 않음을 알 수 있었다. 이러한 결과를 종합하면 비타민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐의 정유 방출은 매우 미비하게 일어나며, 방출율 또한 48시간 이후에는 매우 작아서 방출율 변화가 지연됨을 알 수 있었다. 또한 마이크로캡슐 벽을 통해 천천히 그리고 점진적으로 방출되었음을 알 수 있었다.

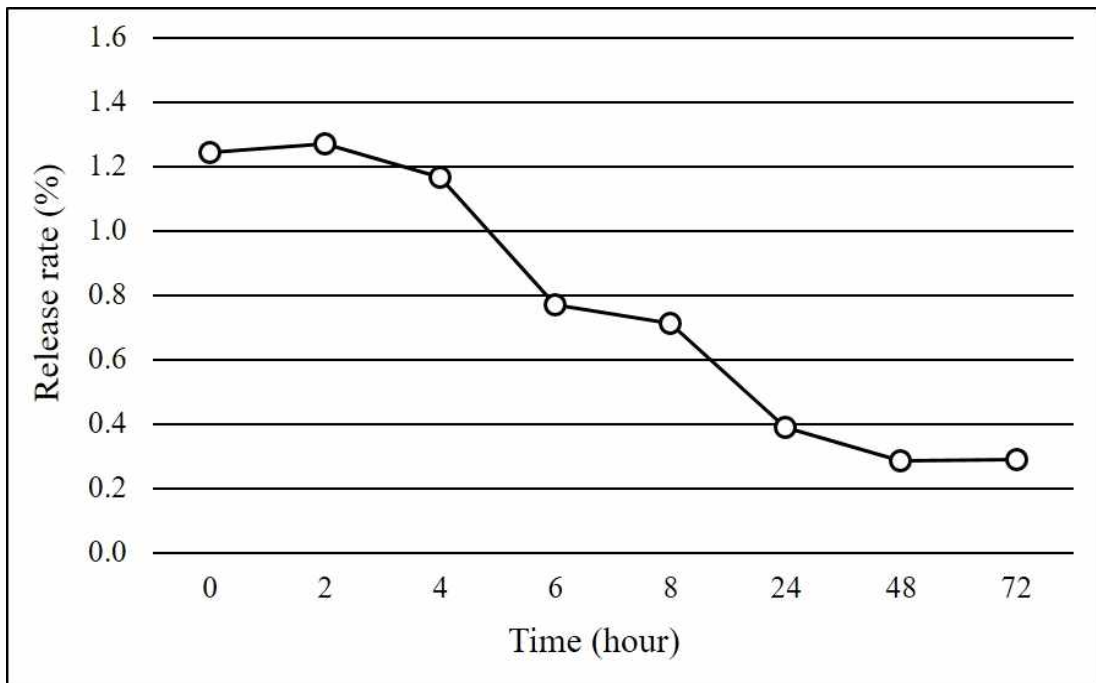


Fig. 2-32. Release rate of Sea Buckthorn oil from microcapsules in n-hexane solution depending on time

##### 5) 열적 특성

키토산-아라비아검을 벽물질로 하여 제조한 비타민나무 열매 정유 함유 마이크로캡슐의 가열에 따른 질량 변화를 분석함으로써 마이크로캡슐의 열분해 거동과 열적 안정성을 살펴보기 위하여 열중량분석을 실시하였다. <Fig. 2-33>는 TGA 곡선을 나타낸 것으로 마이크로캡슐은 209°C 부근까지 중량 변화가 거의 일어나지 않아서 약 200°C까지 마이크로캡슐은 열가열에도 안정한 것으로 보인다. 그 이후부터 239°C까지 급격히 중량 감소가 일어나기 시작하여 마이크로캡슐 벽물질의 열분해가 일어난 영역으로 사료되었다. 또한 239°C까지의 중량비율은 75.34%로 벽물질의 분해에 의해 잔류된 심물질 정유의 중량비율을 뜻한다고 사료된다. 나아가 239°C부터는 575°C까지 2차 중량감소가 급격히 진행되었는데, 이 온도 범위에서 심물질인 비타민나무 열매 정유의 열분해가 이루어진 것으로 판단된다. 그 이후 열분해되는 물질은 천연물인 비타민나무 열매 정유의 다른 성분들이므로 해석된

다. 이와 같이 비타민나무 열매 정유를 함유한 마이크로캡슐은 수분과 마이크로캡슐 구조의 파괴로 인해 중량 변화가 일어나지만 일상생활에서 사용하는 온도범위 내에서 물질의 중량 변화는 미미하며, 575°C에 이르기까지 32% 이상의 잔류 중량을 유지하고 있으므로, 키토산 아라비아검 혼합 마이크로캡슐은 열에 대한 내구성이 우수함을 알 수 있었다.

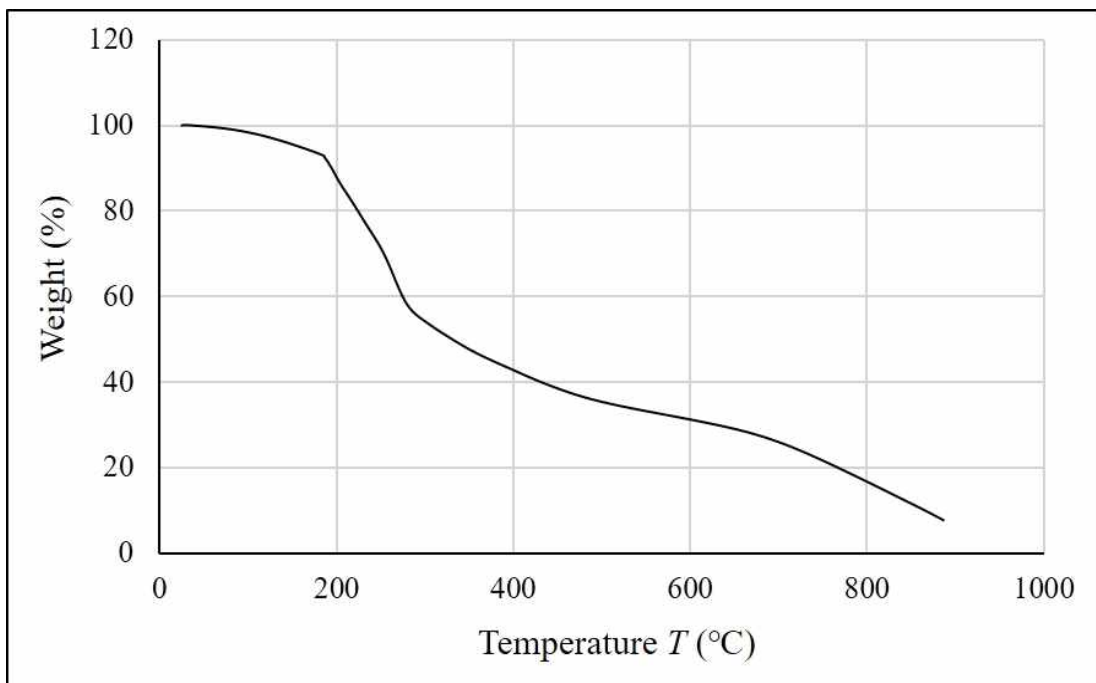


Fig. 2-33. TGA curves of chitosan-arabic gum microcapsule containing Sea Buckthorn oil

### 3.3. 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐 가공 직물의 쾌적성과 피부건강기능성

#### 3.3.1. 물리적 성질과 쾌적성

##### 1) 마이크로캡슐의 부가량

마이크로캡슐과 섬유용 폴리우레탄계 바인더를 섞어 직물에 도포하는 마이크로캡슐 가공은 섬유제품을 사용하는 도중에 불규칙적인 마찰에 의해 섬유에 부착된 마이크로캡슐의 벽물질이 파괴되면서 심물질이 서서히 방출되도록 하는 원리를 가진다. 따라서 마이크로캡슐 심물질의 방출량과 이에 따른 기능성의 발휘는 직물과 섬유 표면에 부착된 마이크로캡슐의 양과 비례한다고 할 수 있다. 이에 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐로 가공처리한 면 편성물과 나일론/PU혼방 편성물을 대상으로 마이크로캡슐의 부가량(add-on, %)을 고찰하였다. 우선 면 편성물에 대하여 침지법(BIM)과 스크린 프린팅법(SPM) 별로 가공조건(마이크로캡슐 농도-바인더 농도)에 따른 부가량을 측정된 결과는 <Fig. 2-34>와 같다. 면 편성물은 스크린 프린팅법(SPM)의 부가량이 침지법(BIM)의 부가량보다 훨씬 높게 나타나서, 스크린 프린팅법(SPM)이 침지법(BIM)보다 부가량을 더 높게 부여할 수 있는 가공법임을 알 수 있다. 또한 동일한 가공법에서는 마이크로캡슐 농도가 증가할수록 직물에 부착된 마이크로캡슐의 부가량 또한 증가하는 경향을 보였다. 이는 침지법(BIM)에서보다 스크린 프린팅법(SPM)에서 더 뚜렷한 경향을 나타내어서 마이크로캡슐 농도 60%로 가공처리한 면 편성물까지 지속적으로 부가량이 증가하는 추이를 보였다. 또한 침지법(BIM)과 스크린 프린팅법(SPM) 별로 가공조건(마이크로캡슐 농도-바인더 농도)을 달리하여 처리한 나일론/PU혼방 편성물의 부가량은 <Fig. 2-35>에 제시하였다. 면 편성물과 마찬가지로 스크린 프린팅법(SPM)의 부가량이 침지법(BIM)의 부가량보다 훨씬 높게 나타났으며, 두 가공법 모두 마이크로캡슐 농도가 증가할수록 직물에 부착된 마이크로캡슐의 부가량 또한 증가하는 경향을 보였다. 그러나 침지법(BIM)의 부가량은 나일론/PU 혼방 편성물이 면 편성물보다 다소 낮은 결과를 나타내었으며, 스크린 프린팅법(SPM)에서는 나일론/PU 혼방

편성물이 면 편성물보다 다소 높은 부가량을 보였으므로, 본 연구의 마이크로캡슐-바인더 농도 조건은 나일론/PU 혼방 편성물의 가공처리에 더 효과적인 것으로 보인다. 또한 나일론/PU 혼방 편성물의 가공에서 바인더 농도 10%(owf)에서와 15%(owf)에서의 부가량에 주목할 만한 차이가 있는 것으로 보였으며, 바인더 농도 10%(owf)가 적용된 마이크로캡슐 농도 20%(owf)와 30%(owf) 간에는 부가량에 차이가 나타나지 않았으며, 바인더 농도 15%(owf)가 적용된 마이크로캡슐 농도 40%(owf)와 50%(owf), 60%(owf) 간에는 50%(owf)부터는 부가량의 증가가 완만해지는 경향이어서, 추후 마이크로캡슐의 농도와 바인더 농도 간의 관계에 대해 심도 있는 고찰이 요구되었다.

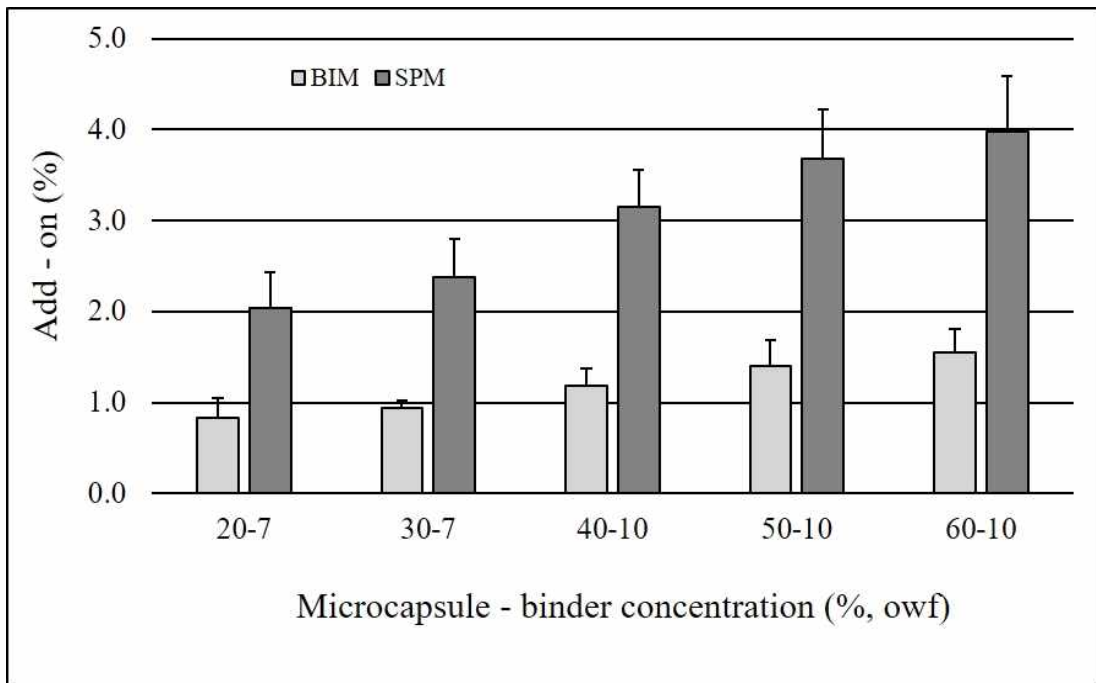


Fig. 2-34. Add-on of microcapsule-treated cotton knit by BIM and SPM depending on microcapsule-binder concentrations

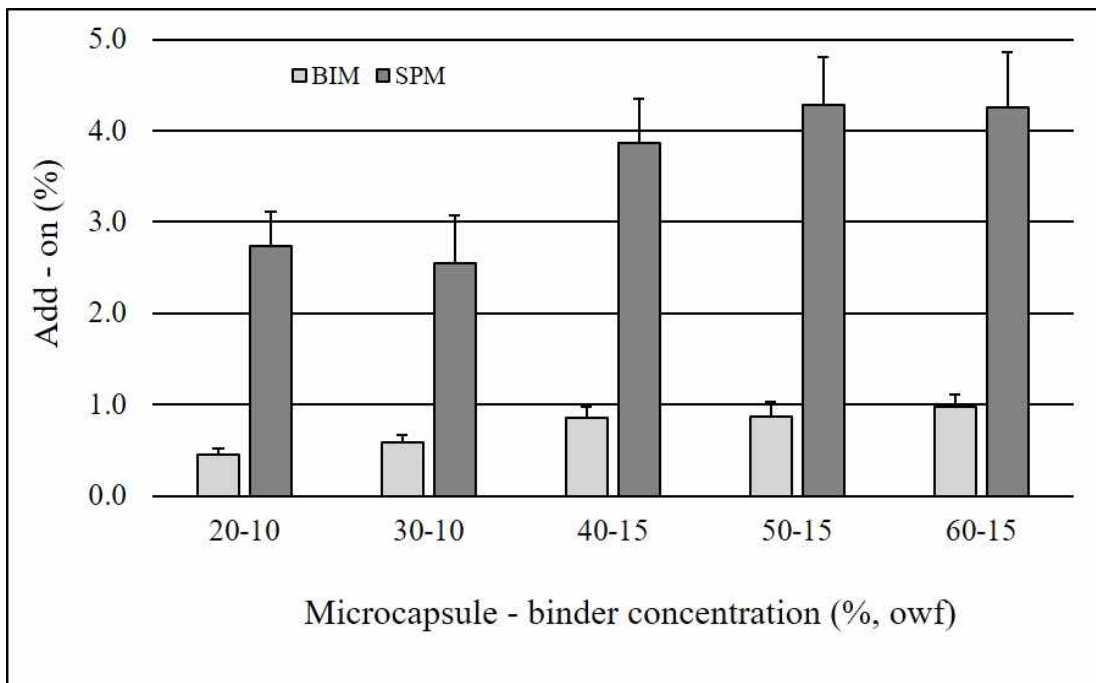


Fig. 2-35. Add-on of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM and SPM depending on microcapsule-binder concentrations

## 2) FE-SEM 이용한 식물 표면관찰

비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐로 가공처리한 식물 소재의 표면에 실제 캡슐의 부착 여부를 살펴보기 위하여 마이크로캡슐 가공 전·후의 표면 형태를 촬영하였다. <Fig. 2-36>은 침지법(BIM)으로 가공처리한 면 편성물의 SEM 촬영 사진이며, <Fig. 2-37>에 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리한 면 편성물의 SEM 사진이다. 이를 보면 마이크로캡슐 가공 식물의 표면에서 구형 형태의 마이크로캡슐과 바인더가 섬유 사이의 틈과 섬유 표면에 다서 불규칙하게 위치하고 있으며 다소 불규칙적으로 섬유 사이에 부착된 마이크로캡슐을 확인할 수 있다. 또한 <Fig. 2-38>은 침지법(BIM)으로 가공처리된 나일론/PU혼방 편성물의 표면 상태이며, <Fig. 2-39>는 스크린 프린팅법(SPM)을 사용하여 가공처리한 나일론/PU 혼방 편성물의 SEM 사진이다. 마이크로캡슐 농도에 비례하여 마이크로캡슐과 바인더가 가공 식물의 표면에 더 두껍게 부착의 형태를 보이고 있음을 알 수 있다.



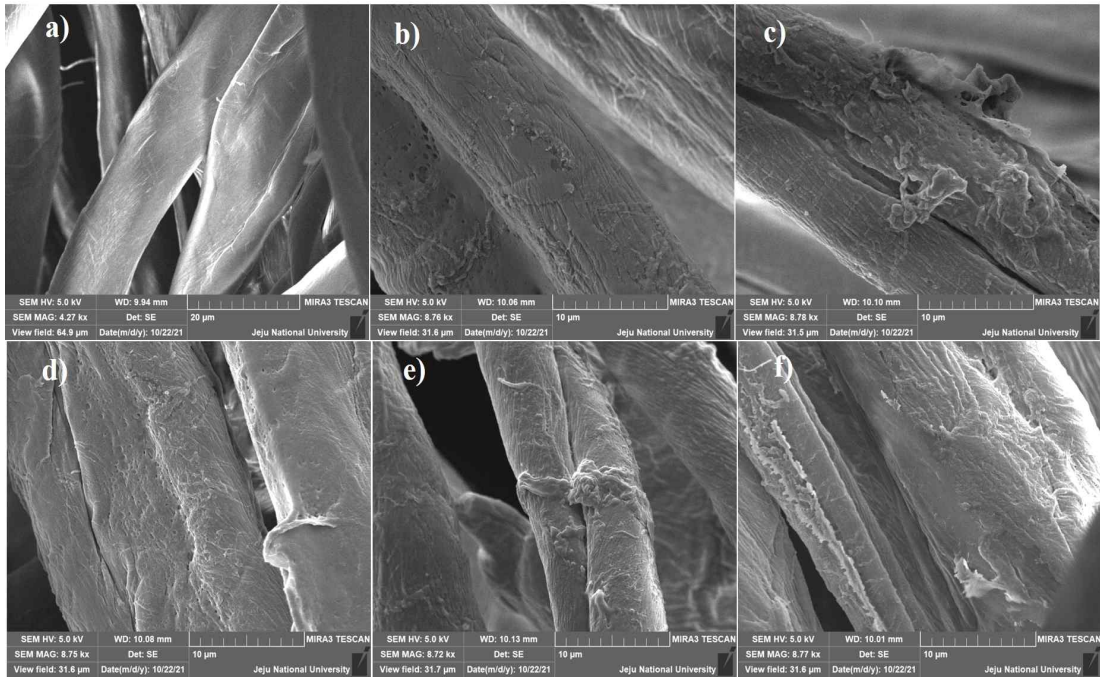


Fig. 2-36. SEM of microcapsule-treated cotton knit by BIM: a) UT, b) 20-7%, c) 30-7%, d) 40-10%, e) 50-10%, f) 60-10%(owf)

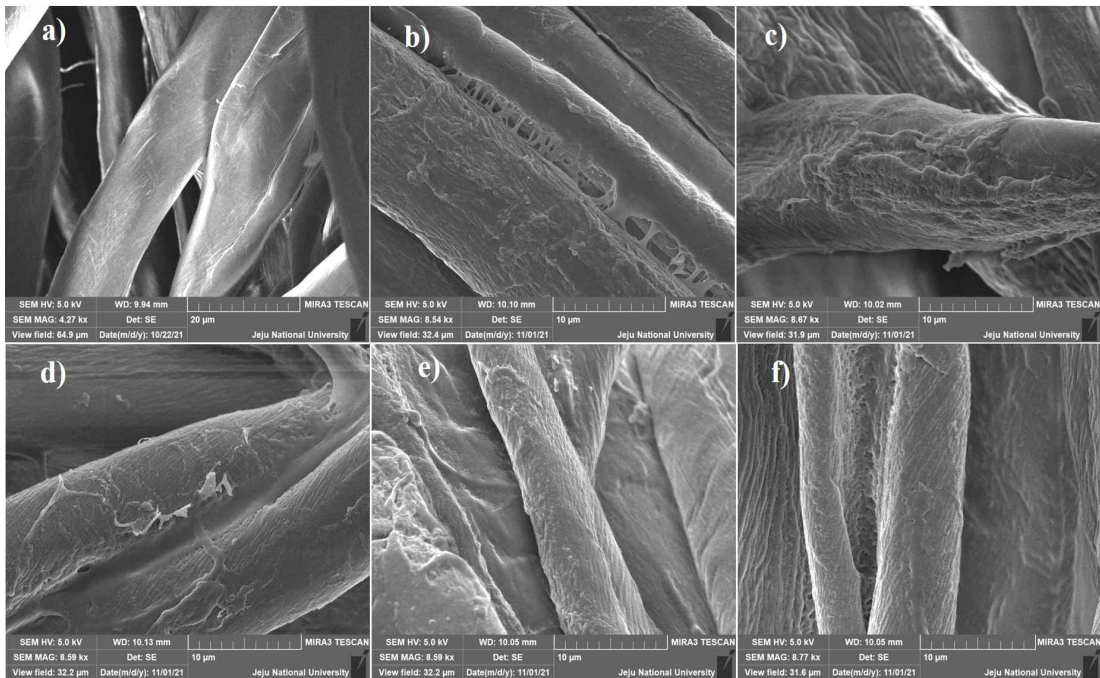


Fig. 2-37. SEM of microcapsule-treated cotton knit by SPM: a) UT, b) 20-7%, c) 30-7%, d) 40-10%, e) 50-10%, f) 60-10%(owf)

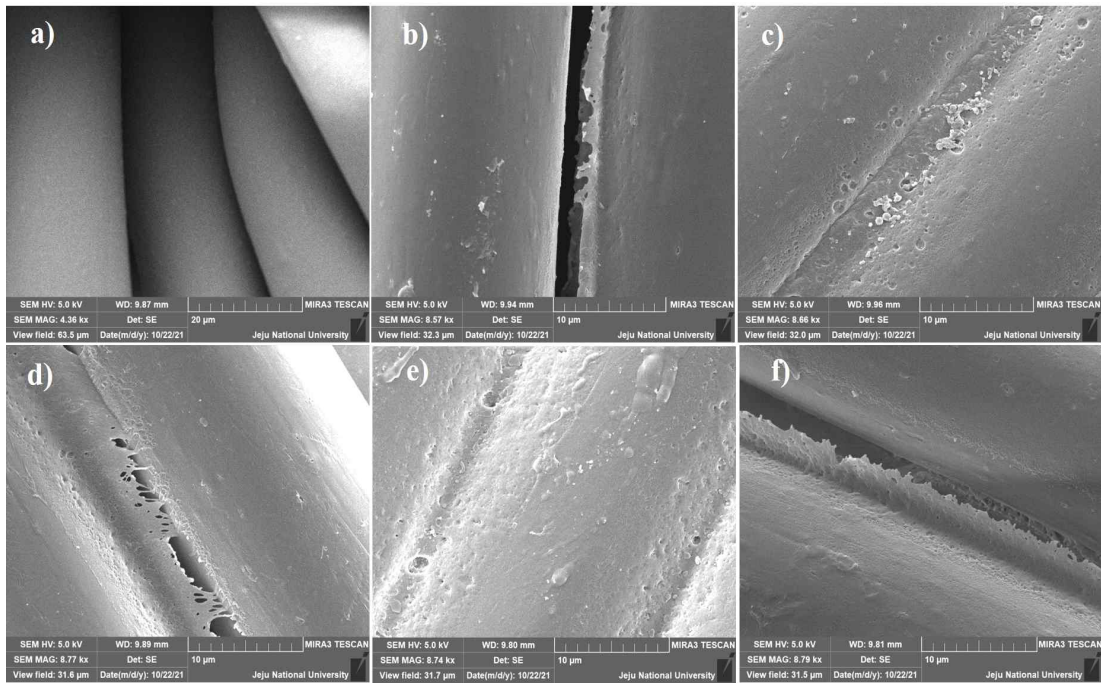


Fig. 2-38. SEM of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM: a) UT, b) 20-10%, c) 30-10%, d) 40-15%, e) 50-15%, f) 60-15%(owf)

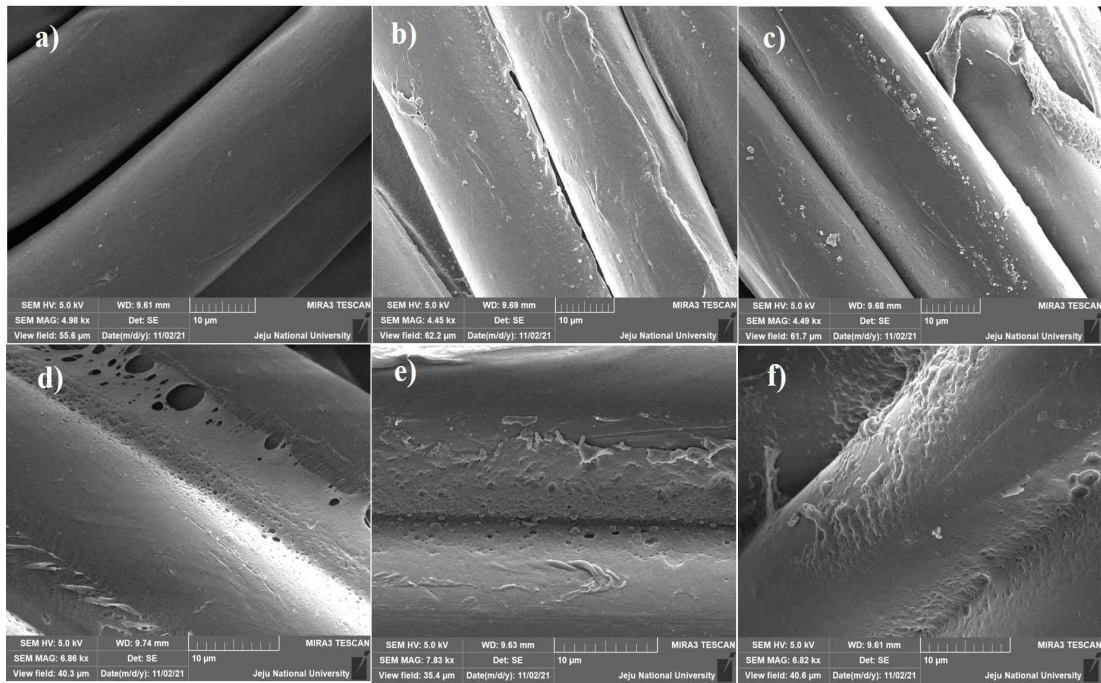


Fig. 2-39. SEM of microcapsule-treated nylon/PU knit by SPM: a) UT, b) 20-10%, c) 30-10%, d) 40-15%, e) 50-15%, f) 60-15%(owf)



### 3) 전자코를 이용한 정유 향기 방출성

마이크로캡슐로 가공처리한 식물에 대해서 전자코를 이용하여 부착된 마이크로캡슐의 향기 성분분석과 방출성을 고찰하였다. 마이크로캡슐로 후가공한 식물에서 마이크로캡슐 심물질이 방출되는 원리는, 외부의 물리적 힘으로 마찰 또는 압력이 발생하면서 마이크로캡슐 외벽이 부서져서 심물질이 방출되는 것이므로, 전자코 분석에 앞서 가공처리한 직물을 마찰견뢰도 시험기인 CROCK METER로 10회 왕복 마찰시킨 직후에 전자코 분석을 실시하였다. 마이크로캡슐로 가공처리한 면 편성물의 향기 성분을 분석하고 방출성을 고찰한 결과는 <Fig. 2-40>, <Fig. 2-41>, <Fig. 2-42>, <Fig. 2-43>에 제시하였다. 우선 침지법(BIM)에 의해 가공한 면 편성물에서 방출된 휘발성 향기의 성분 프로파일은 <Fig. 2-40>와 같으며, 20초~130초 사이에 검출된 peak로서 극성 기반 detector인 MXT-5(<Fig. 2-40(a)>)와 비극성 기반의 detector인 MXT-1701(<Fig. 2-40(b)>)로부터 각각 검출된 시료의 향기 성분을 크로마토그램으로 나타낸 것이다. 이에 대한 분석결과 15.58초에 가장 큰 peak area를 나타냈으며 해당 성분은 나타내었다. 극성과 비극성 기반 모두에서 주요 향기성분으로 Propanal, 2-methylthiophene, 2-(2-Ethoxyethoxy)ethanol, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)- 가 감지되었다. <Fig. 2-41>은 PCA를 기반으로 odor map에서 휘발성 성분의 강도를 기준으로 시료 간의 상대적인 차이를 나타내는 것이다. PC1이 99.856%, PC2가 0.106%를 차지하고 있어 총 99.962%의 누적 점유율을 나타내었다. 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐을 침지법(BIM)으로 가공처리한 면 편성물 시료들은 미처리 면 편성물과 상대적 거리가 가장 떨어져 있어서, 마이크로캡슐 가공처리에 의해 휘발성 향기가 방출되고 있음을 우선 확인할 수 있다. 또한 마이크로캡슐 가공처리 시료들 간에서도 향기 방출 강도에 차이가 발생하여 PCA 거리상으로 서로 분리되어 나타났으며 분리 패턴에도 차이가 나타났다. 이는 처리 조건인 마이크로캡슐 및 바인더의 농도에 따라 방출되는 휘발성 향기 성분의 강도 간에 차이가 있어서 PCA 분석에 의한 거리에 차이가 나타난 것으로 해석할 수 있다. <Fig. 2-42>은 위의 PCA 기반 odor map에서 나타난 미처리 시료와 침지법(BIM)으로 가공처리한 면 편성물 시료 간의 거리를 정량화하여 그 수치를 그래프로 표현한 결과이다.

미처리 시료와 마이크로캡슐 농도-바인더 농도가 20-7인 가공처리 시료 간의 거리가 다른 미처리-가공처리 시료 간 거리보다 더 낮음을 알 수 있으며, 이는 마이크로캡슐 농도 및 바인더 농도가 높아질수록 미처리시료와의 거리가 완만하게 더 높아지는 경향이였다. 단, 농도 조건 50-20의 시료는 60-20과 거의 차이가 없어보여서 전자코 분석에 의한 미처리 시료와의 향기 강도 차이에는 두 시료 간에 명확한 차이가 없다고 할 수 있다. 이는 <Fig. 2-41>의 PCA 기반 odor map에서도 2차원적 평면에 표시한 두 시료의 위치가 상당히 중복된다는 사실과도 관련된다.

한편 비타민나무 열매 정유를 함유한 마이크로캡슐로 가공처리한 면 편성물의 향기 강도에 영향을 주는 성분을 Radar plot으로 나타낸 <Fig. 2-43>을 살펴보면, 극성인 FID1 MXT-5에서 8종, 비극성인 FID2 MXT-1701에서 8종의 총 16종의 성분으로 나타났다. 또한 Radar plot에서 미처리 시료에 비하여 마이크로캡슐로 가공처리한 시료의 주요 향기 성분 peak의 면적이 크게 증가하는 것을 알 수 있었으며, 마이크로캡슐 농도가 가장 높은 50-10, 60-10의 조건으로 가공처리한 면 편성물의 향기 성분의 강도가 상대적으로 강해서 가장 바깥쪽으로 피크가 확장되었음을 알 수 있었다. 또한 radar plot은 가공처리 시료에 따라 16가지 향기성분 화합물 별로 그 향기 강도에 주로 차이가 있으며, 향기성분 화합물의 종류에 차이는 거의 없는 것으로 보인다. 미처리 시료의 경우 peak의 주요 향 성분 별 면적이 비교적 일정한 것을 볼 수 있으나, 마이크로캡슐 가공처리 시료의 경우는 마이크로캡슐의 농도가 높아짐에 따라 전반적인 향 성분 강도의 면적이 커졌는데, 특히 RT 20.50-1-A, 62.51-2-A, 20.12-2-A에 해당되는 화합물의 향기 강도가 유의적으로 증가한 것을 확인하였다. 이들 화합물의 향기성분을 <Table 2-26>에서 확인하면, 20.50-1-A과 20.12-2-A는 Propanal에 해당되며 62.51-2-A는 gamma-Terpinene 으로 추측된다.

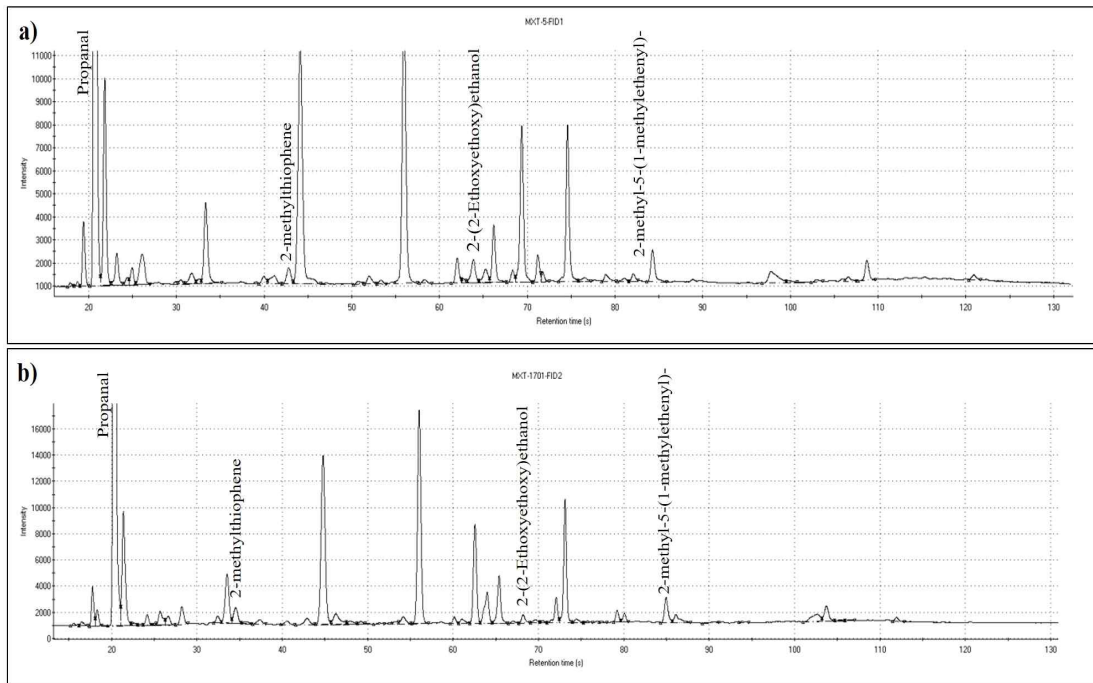


Fig. 2-40. Volatile profile of microcapsule-treated cotton knit by BIM using e-nose:  
 a) MXT-5, b) MXT-1701

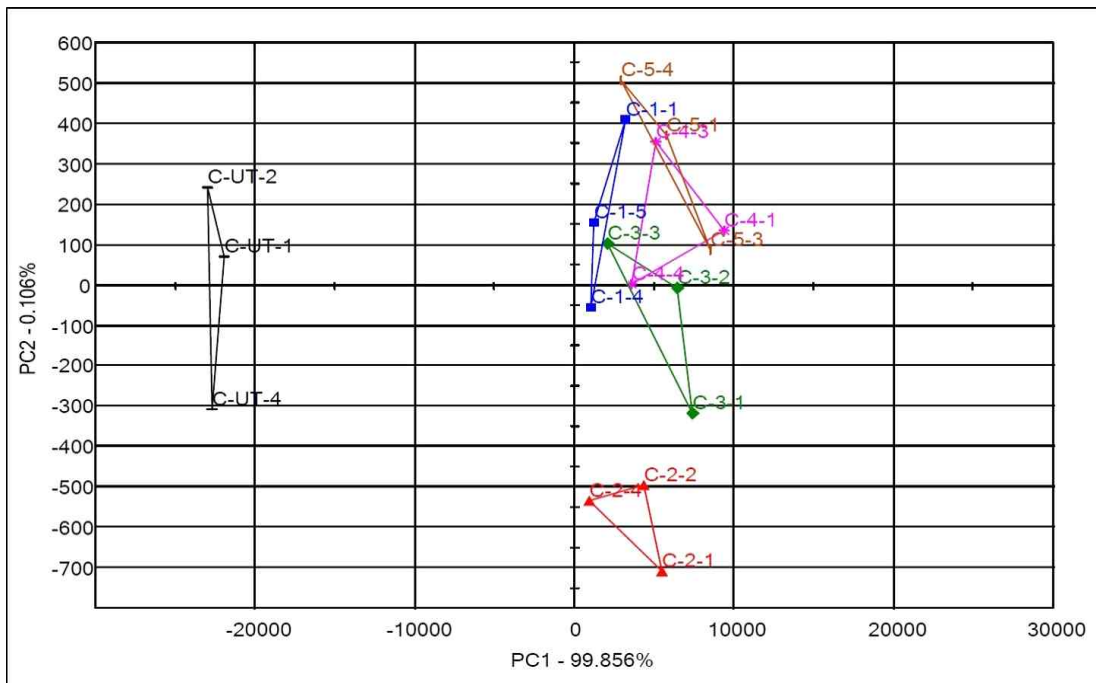


Fig. 2-41. PCA biplot by e-nose in response to microcapsule-treated cotton knit fabric by BIM

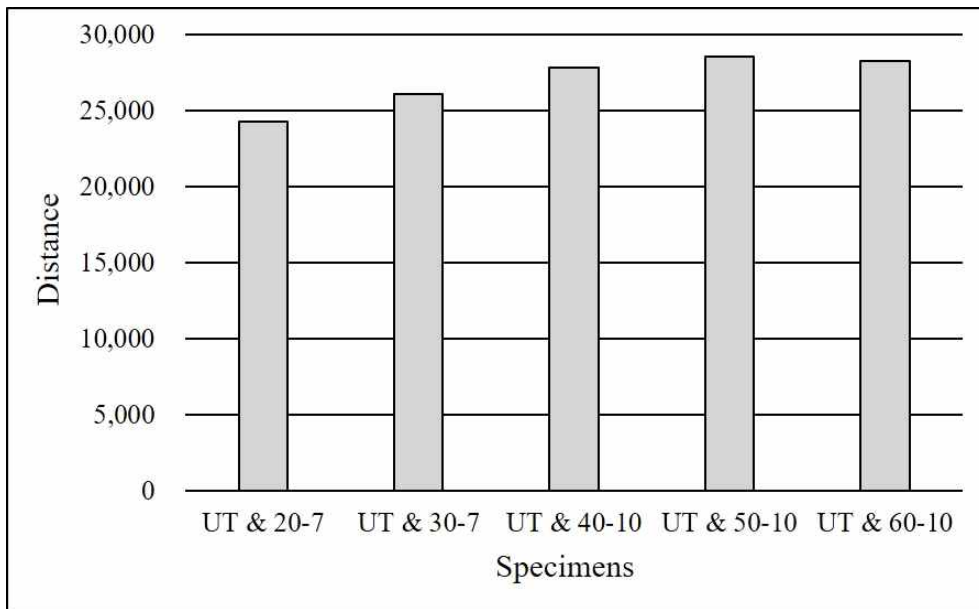


Fig. 2-42. Distance of aroma pattern by e-nose between untreated and microcapsule-treated cotton knit by SPM

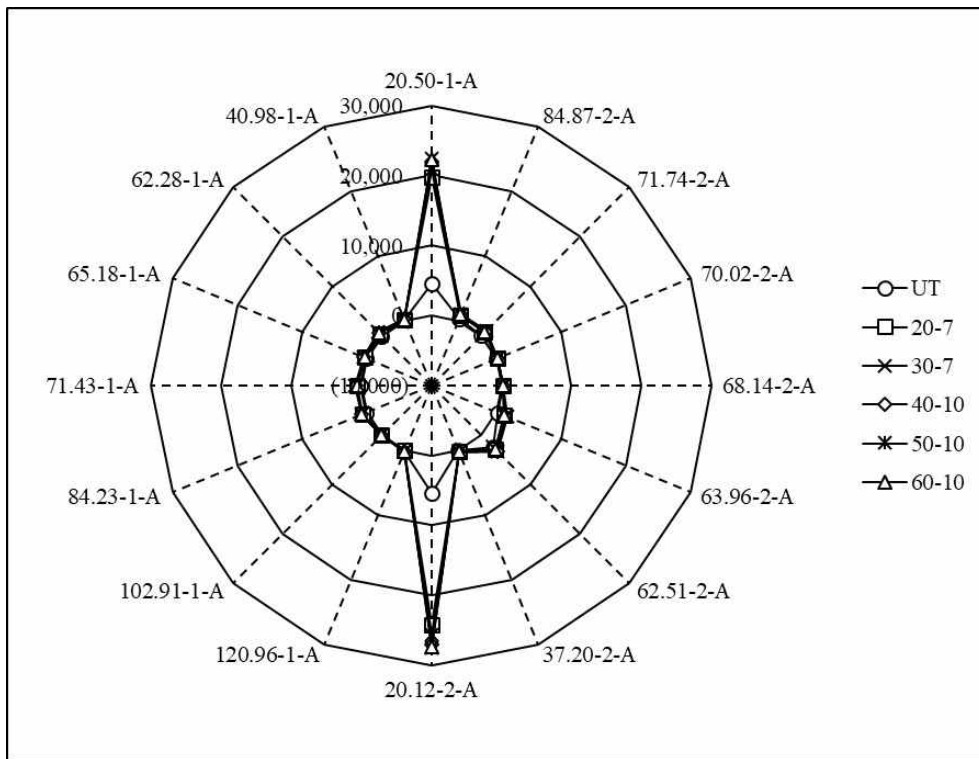


Fig. 2-43. Radial plots of 16 volatile compounds from microcapsule-treated cotton knit by BIM using e-nose

Table 2-26. Volatile compounds identified in microcapsule treated cotton knit fabric by BIM

MXT-5 RT <sup>(1)</sup> (RI <sup>(2)</sup> )	MXT-1701 RT <sup>(1)</sup> (RI <sup>(2)</sup> )	Possible identification	Formula	Sensory descriptor
20.50 (500)	20.12 (583)	Propanal	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	Acetaldehyde; cocoa; earthy; ethereal; nutty; plastic; pungent solvent
40.98 (777)	37.20 (829)	2-methylthiophene	C <sub>5</sub> H <sub>6</sub> S	Alliaceous; Gasoline; Green; Onion; paraffinic; Sulfurous; Sweet
65.18 (997)	68.14 (1140)	2-(2-Ethoxyethoxy)ethanol	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> O <sub>3</sub>	Mild; Pleasant
84.23 (1241)	84.87 (1384)	2-methyl-5-(1-methylethenyl)-	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O	Basil leaves; Fennel; Herbaceous; Licorice; Minty; Spicy; Sweaty
62.28 (965)	-	Phenol	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> O	Acrid; Aromatic; Medicinal; Phenolic; Plastic; Rubber; Sweet
71.43 (1074)	-	(E,E)-3,5-octadien-2-one	C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> O	Fresh; Fruity; Grassy; Green; Mushroom; Sweet; Woody
102.91 (1466)	-	delta-decalactone	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	Fruity; fruity (sweet); Peach; Sweet
120.96 (1708)	-	Heptadecane	C <sub>17</sub> H <sub>36</sub>	Alkane; Fuel; Fusel
-	62.51 (1071)	gamma-Terpinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Citrus; Etheral; Fruity; Gasoline; Herbaceous; Lemon; Oily; Sweet; Terpenic; Turpentine; Woody
-	63.96 (1087)	2-Ethyl-3-methylpyrazine	C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub>	Balsamic; Bread; Corn; Earthy; Musty; Nutty; Peanut; Roast
-	70.02 (1171)	propionic acid hexyl ester	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	Fruity; Green; Musty; Pear
-	71.74 (1185)	dodecane	C <sub>12</sub> H <sub>26</sub>	Alkane; Fusel

스크린 프린팅법(SPM)을 사용하여 마이크로캡슐로 가공처리한 면 편성물에 대하여 전자코를 이용한 향기 성분분석과 방출성을 고찰한 결과는 <Fig. 2-44> ~ <Fig. 2-47>에 제시하였다. <Fig. 2-44>은 20~130초 사이에 비극성인 MXT-5, 약한 극성인 MXT-1701 detector에서 검출된 시료의 향기 성분을 크로마토그램으로 나타낸 것이다. 가장 뚜렷하게 검출된 향기 성분은 Methyl acetate과

Cyclohexane, L-Limonene임을 알 수 있었다. PCA를 기반으로 분석한 odor map을 이용하여 휘발성 화합물 조성에 따른 시료 간의 상대적인 향기의 차이는 <Fig. 2-45>와 같으며, PC1이 92.556%, PC2가 5.143%를 차지하고 있어 총 97.699%의 누적 점유율을 나타내었다. 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리한 면편성물은 미처리 시료 및 처리시료들은 거리상으로 분리되어 나타났으며 분리 패턴에도 차이가 있었다. 이는 가공처리 식물에 적용한 마이크로캡슐과 바인더의 농도를 다르게 하였기 때문으로 해석할 수 있다. 나아가 미처리 시료와 각 처리시료 간의 향기 강도 차이에 의한 거리를 정량적으로 분석한 결과는 <Fig. 2-46>에 제시하였다. 처리시료의 마이크로캡슐 농도에 비례하여 그 거리가 더 커지는 경향을 보였으며, 60-10의 조건으로 가공처리한 시료의 미처리 시료와의 거리가 가장 크게 나타났다. 이는 마이크로캡슐로부터 방출되는 정유의 향기 강도가 미처리시료와의 향기강도 거리에 정적인 영향을 미친 것으로 해석할 수 있다. <Fig. 2-47>에서 Radar plot을 이용하여 각 시료의 향기 강도에 영향을 주는 주요 향기성분을 표시하였는데, FID1 MXT-5에서 8종, FID2 MXT-1701에서 8종의 총 16종의 주요성분이 도출되었다. 또한 이들 향기성분의 면적은 미처리시료에 비하여 가공처리 시료들에서 뚜렷이 증가하여서, 이 또한 마이크로캡슐의 가공처리 효과로 보인다. 총 16종의 주요 peak 중에서 비극성 MXT-5 RT 21.55-1-A, 69.32-1-A, 약한 극성 MXT-1701 RT 20.91-2-A, 62.52-2-A가 모든 시료에서 공통으로 방출되었으며, 대체로 성분에 따른 향기패턴은 유사하나 향기 강도에 따라 피크 면적에 차이를 보이는 것으로 보인다. 가장 바깥쪽으로 피크 영역이 확장된 시료가 50-10과 60-10의 조건으로 가공처리한 면편성물인데, 이들 시료가 마이크로캡슐 농도가 가장 높게 처리된 시료로서 정유의 방출 양이 가장 많기 때문으로 해석된다. 미처리 시료의 경우 주요 향 성분의 피크 면적이 작고 비교적 일정한 것을 알 수 있으나, 가공처리 식물의 경우는 마이크로캡슐과 바인더의 농도가 높아질수록 향 성분 피크의 면적이 커졌을 뿐만 아니라 RT 21.55-1-A, 69.32-1-A, 20.91-2-A, 62.51-2-A에 해당되는 특정 화합물의 면적이 유의적으로 증가한 것을 확인하였다. 이들 화합물의 성분 특성과 감각적 성질은 <Table 2-27>에서 확인할 수 있다.



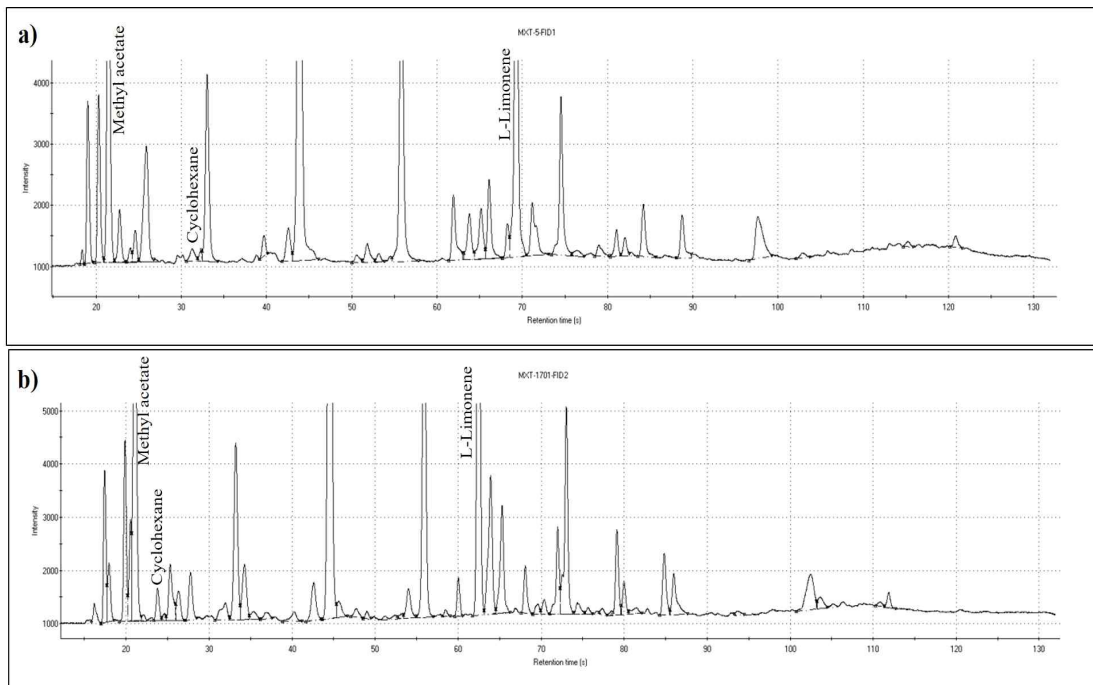


Fig. 2-44. Volatile profile of microcapsule-treated cotton knit by BIM using e-nose:  
 a) MXT-5, b) MXT-1701

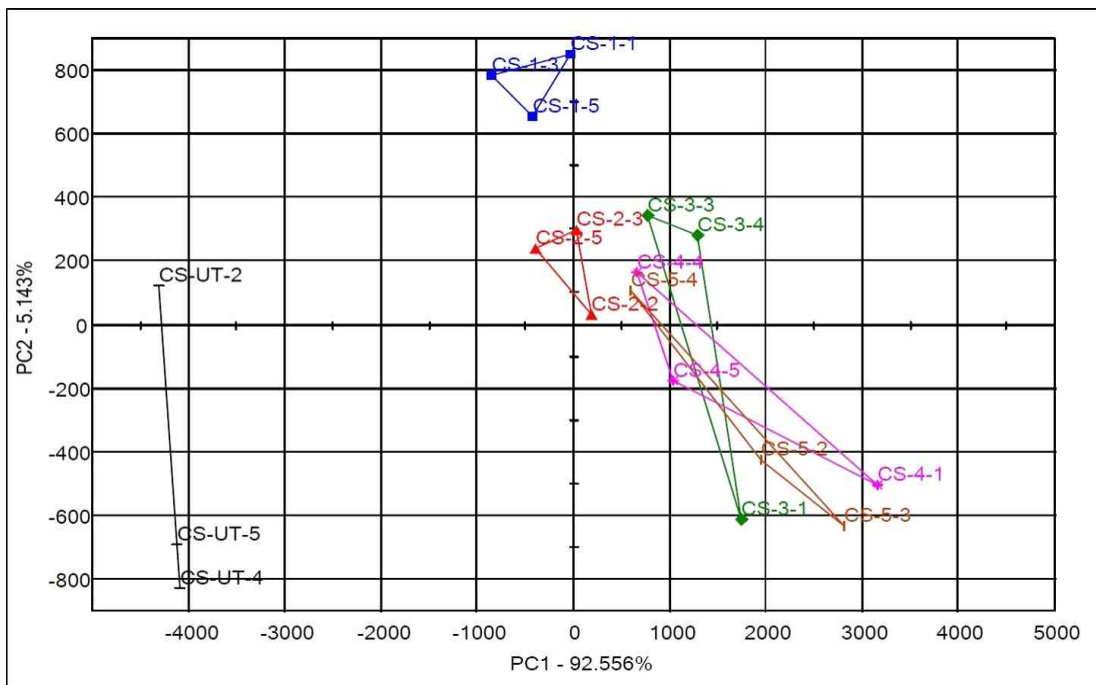


Fig. 2-45. PCA biplot by e-nose in response to microcapsule-treated cotton knit fabric by SPM

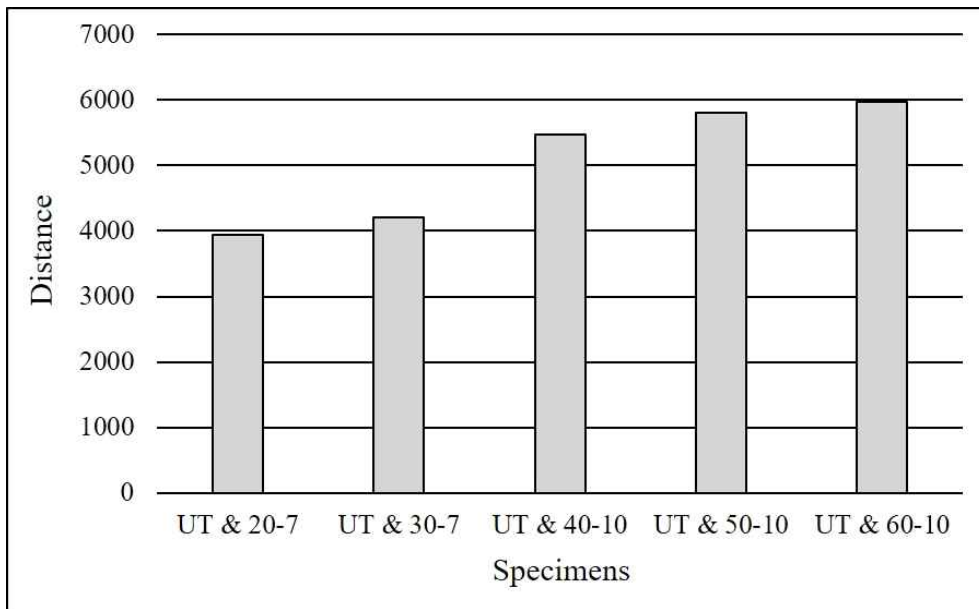


Fig. 2-46. Distance of aroma pattern by e-nose between untreated and microcapsule-treated cotton knit by SPM

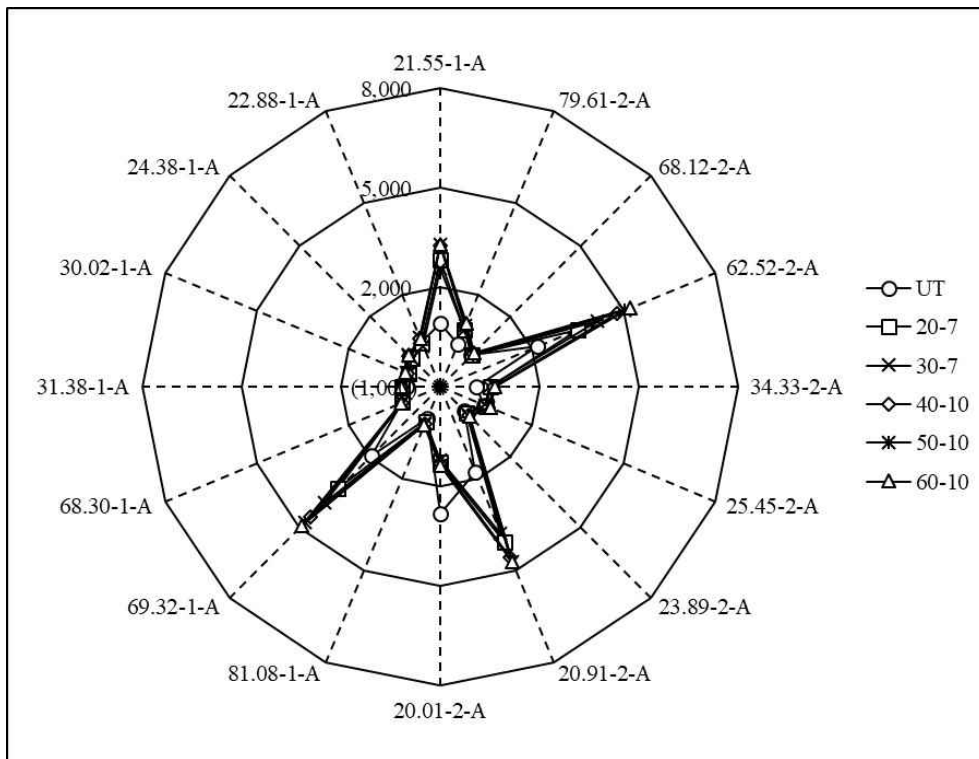


Fig. 2-47. Radial plots of 16 volatile compounds from microcapsule-treated cotton knit by SPM using e-nose

Table 2-27. Volatile compounds identified in microcapsule treated cotton knit fabric by (SPM)

MXT-5 RT <sup>1)</sup> (RI <sup>2)</sup> )	MXT-1701 RT <sup>1)</sup> (RI <sup>2)</sup> )	Possible identification	Formula	Sensory descriptor
21.55 (519)	20.91 (606)	Methyl acetate	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	Blackcurrant; Etheral; Fragrant; Fruity; fruity (sweet); Pleasant; Solvent; Sweet
30.02 (656)	23.89 (658)	Cyclohexane	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	Chloroform
69.32 (1047)	62.52 (1072)	L-Limonene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Citrus; Minty; Orange; Pine; Terpenic; Woody
22.88 (546)	-	Carbon disulfide	CS <sub>2</sub>	Aromatic; Burnt; Fruity; Sulfurous; Sweet
24.38 (569)	-	2-mercaptoethanol	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> OS	Strong; Sulfurous
31.38 (680)	-	1-penten-3-one	C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O	Fishy; Fruity; Garlic; Harsh; Leather; Mustard; Onion; Plastic; Pungent; Rotten; Sewer; Sharp; Solvent; Spicy; Varnish
68.30 (1035)	-	1-Methyl-4-isopropenyl-1-cyclohexene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Citrus; Etheral; Fruity; Green; Lemon; Licorice; Orange; Pleasant
81.08 (1202)	-	alpha-Terpineol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Anise; Citrus; Floral; Fruity; Lilac; Minty; Oily; Peach; Pine; Toothpaste; Woody
-	20.01 (580)	Propanal	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	acetaldehyde; Cocoa; Earthy; Etheral; Nutty; Plastic; Pungent; Solvent
-	25.45 (687)	1-Propanol	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O	Alcoholic; Ethanol; Fermented; Fruity; Fusel; Musty; Plastic; Pungent
-	34.33 (804)	Octane	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub>	Alkane; Fruity; Fusel; Gasoline; Sweet
-	68.12 (1142)	2-ethyl-3,6-dimethylpyrazine	C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub>	Burnt; Cocoa; Earthy; Musty; Nutty; Potato; Pungent; Roast
-	79.61 (1302)	2-Butenoic acid	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	Fruity; Green; Oily; Sweet; Walnut

침지법(BIM)에 의해 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐로 가공처리한 나일론/PU 혼방 편성물의 향기 성분분석과 방출성을 전자코로 분석하였으며, 그 결과를 <Fig. 2-48> ~ <Fig. 2-51>에 제시하였다. <Fig. 2-47>는 비극성 MXT-5와 약한 극성 MXT-1701 detector에서 각각 검출된 시료의 향기 성분을 크로마토그램으로 나타낸 것이다. <Fig. 2-49>는 PCA를 기반으로 분석한 odor map으로 발성 화합물 조성에 따른 시료 간의 상대적인 향기의 차이를 보여주는 것으로 PC1이 60.384%, PC2가 30.356%를 차지하고 있어 총 90.740%의 누적 점유율을 나타내었다. 침지법(BIM)으로 가공처리한 나일론/PU 혼방 편성물의 가공조건에 따라 거리상으로 분리되어 나타났으며 분리 패턴에도 차이가 있었다. 이에 마이크로캡슐과 바인더의 농도를 다르게 설정한 조건에 따라 가공처리된 나일론/PU 혼방 편성물의 향기 패턴에 차이가 있음을 알 수 있었다. 미처리 시료와 각 처리시료 간의 향기 강도 차이에 의한 거리를 정량적으로 분석한 결과는 <Fig. 2-50>와 같다. 나일론/PU 혼방 편성물에 처리한 마이크로캡슐 농도에 비례하여 미처리시료와의 향기강도 거리는 다르게 나타난 것을 알 수 있으며, 마이크로캡슐 처리 농도가 가장 높은 60-15의 시료가 다른 나머지 시료들보다 가장 긴 거리를 보였다. <Fig. 2-51>에서는 Radar plot을 이용하여 시료에 따라 주요 향기성분의 강도 변화를 표시하였는데, 이들 향기성분의 피크 면적은 미처리시료에 비하여 가공처리 시료들에서 뚜렷이 증가하였으므로, 마이크로캡슐 가공처리의 효과로 생각되었다. 가공처리한 나일론/PU 혼방 편성물의 향 변화에 영향을 주는 성분은 FID1 MXT-5에서 8종, FID2 MXT-1701에서 8종의 총 16종으로 나타났으며 비극성 MXT-5 RT 69.35-1-A가 모든 시료에서 가장 뚜렷하게 높게 방출되었으며, 그 밖에 20.23-1-A, 약한 극성 MXT-1701 RT 21.06-2-A, 103.05-2-A가 모든 시료에서 약하게 방출되었다. 앞에서 분석한 다른 식물과 마찬가지로 미처리 시료의 경우에는 주요 향기 성분의 피크 면적이 가장 작고 비교적 일정한 것을 볼 수 있으나 가공처리 식물의 경우는 마이크로캡슐의 농도가 증가함에 따라 이와 비례하여 향기 성분의 면적이 커짐을 알 수 있다. 또한 RT 20.23-1-A, 69.35-1-A, 21.06-2-A, 103.05-2-A에 해당되는 특정 화합물의 면적이 유의적으로 더 증가하는 경향을 보였다. 이들 향기성분으로 추정되는 화합물과 후각각적인 특성을 <Table 2-28>에 정리하여 제시하였다.

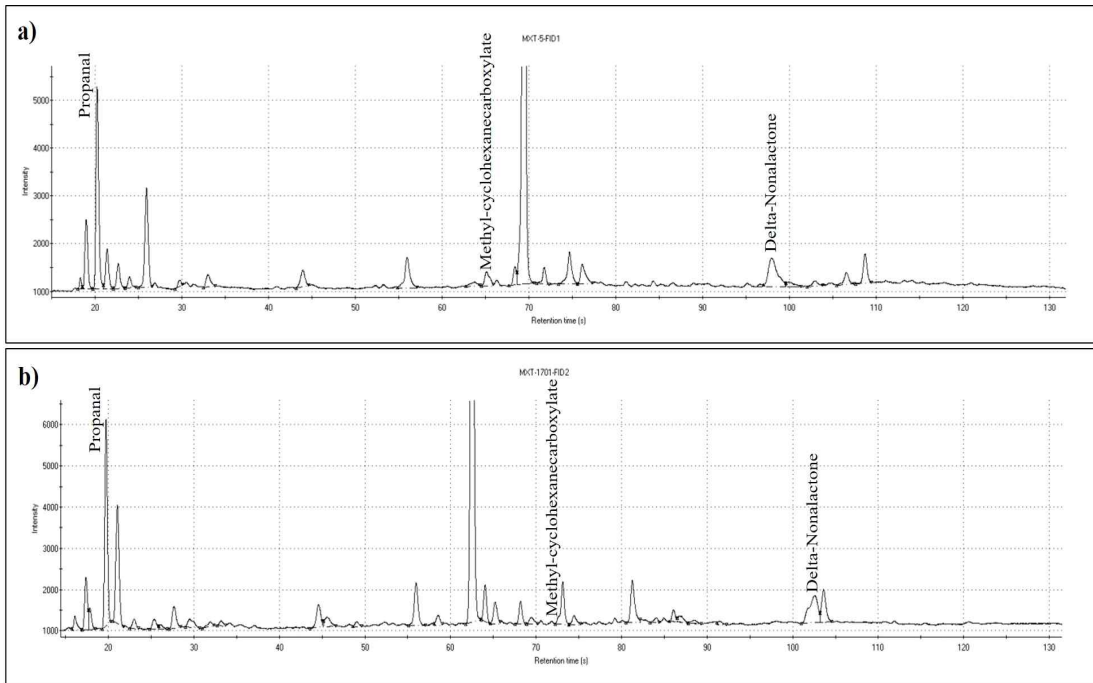


Fig. 2-48. Volatile profile of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM using e-nose: a) MXT-5, b) MXT-1701

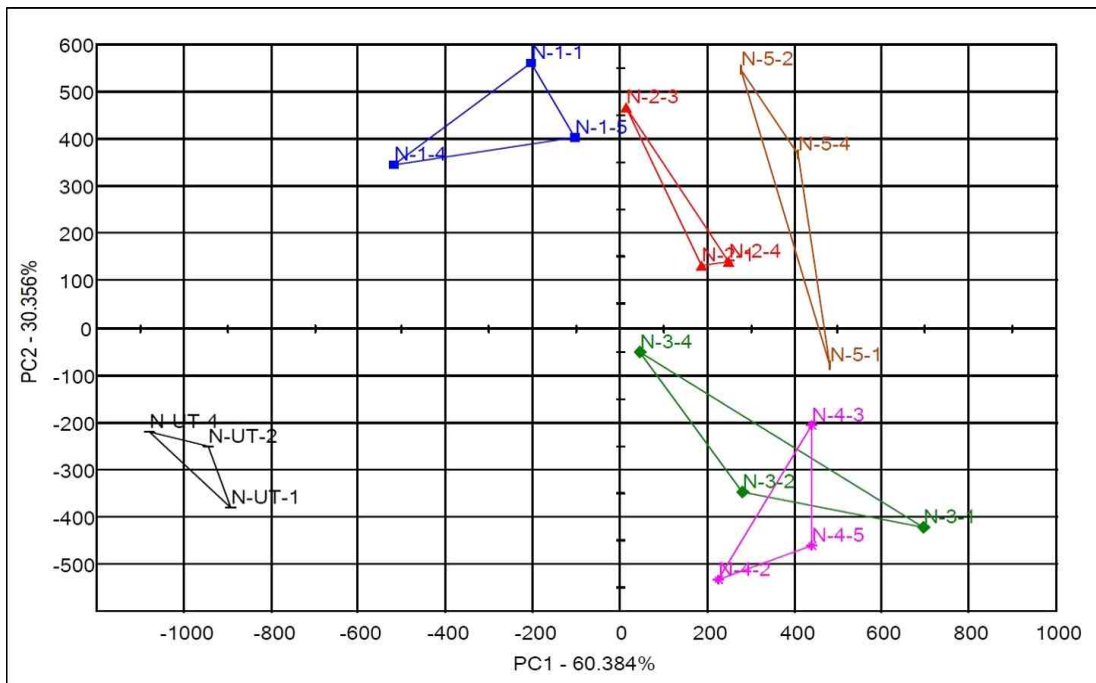


Fig. 2-49. PCA biplot by e-nose in response to microcapsule-treated nylon/PU knit fabric by BIM

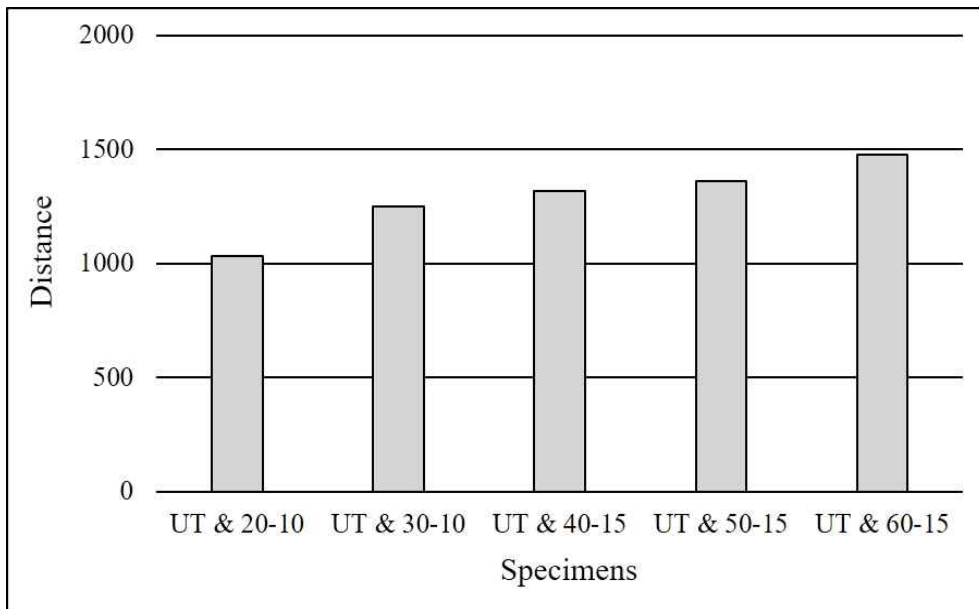


Fig. 2-50. Distance of aroma pattern by e-nose between untreated and microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM

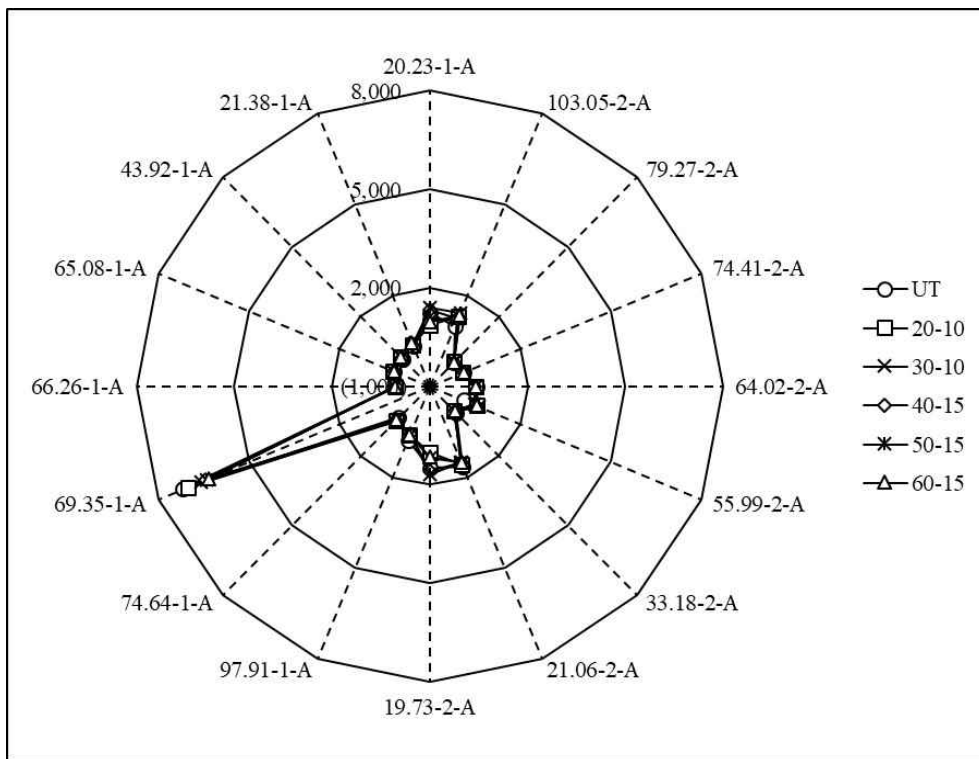


Fig. 2-51. Radial plots of 16 volatile compounds from microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM using e-nose

Table 2-28. Volatile compounds identified in microcapsule treated nylon/PU knit fabric by (BIM)

MXT-5 RT <sup>1)</sup> (RI <sup>2)</sup> )	MXT-1701 RT <sup>1)</sup> (RI <sup>2)</sup> )	Possible identification	Formula	Sensory descriptor
20.23 (492)	19.73 (570)	Propanal	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	acetaldehyde; Cocoa; Earthy; Etheral; Nutty; Plastic; Pungent; Solvent
66.26 (1010)	74.41 (1228)	Methyl-cyclohexanecarboxylate	C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	Berry; Ester; Fruity; Pineapple
97.91 (1406)	103.06 (1622)	delta-Nonalactone	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	Coconut; Coumarin; Creamy; Milky; Sweet
21.38 (514)	-	Pentane	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	Alkane; Gasoline
43.92 (804)	-	2-hexanol	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> O	Cauliflower; Chemical; Fatty; Fruity; Terpenic; Winey
65.08 (996)	-	alpha-Phellandrene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Citrus; Green; Minty; Spicy; Terpenic; Turpentine; Woody
69.35 (1046)	-	Limonene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	Citrus; Fruity; Minty; Orange; Peely
74.64 (1111)	-	n-nonanal	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	Aldehydic; Chlorine; Citrus; Fatty; Floral; Fresh; Fruity; Gaseous; Gravy; Green; Lavender; Melon; Orange; Orange peel; Orris; Peely; pungent (slightly); Rose; Soapy; Sweet; Tallowy; Waxy
-	21.06 (602)	2-propanol	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O	Acetone; Alcoholic; Ethanol; Etheral; Musty; Pleasant; rubbing alcohol; Woody
-	33.18 (789)	n-butanol	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O	Alcoholic; amyl alcohol; Banana; Cheese; Fermented; Fruity; Fusel; Harsh; Medicinal; Oil; Rancid; Strong; Sweet
-	55.99 (998)	heptan-2-ol	C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> O	Acrid; arctic bramble; Cheese; cheese (roquefort); Fatty; Floral; Fresh; Fruity; Green; Herbaceous; Lemon; lemon (fresh); Melon; Moldy; Mushroom; Oily; Pungent; Sweet
-	64.02 (1088)	pentanoic acid	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	Acidic; Beefy; Cheese; penetrating; Pungent; Putrid; Rancid; Sour; S weaty
-	79.27 (1331)	1,3,8 para-Menthatriene	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>	Roast; Sulfurous; Terpenic



스크린 프린팅법(SPM)으로 마이크로캡슐을 가공처리한 나일론/PU 혼방 편성물의 향기 성분분석과 방출성을 전자코로 분석한 결과를 <Fig. 2-52> ~ <Fig. 2-55>에 제시하였다. <Fig. 2-52>은 20~130초에 검출된 향기성분의 크로마토그램으로 비극성 MXT-5와 약한 극성 MXT-1701 detector에서 각각 검출된 결과이다. <Fig. 2-53>은 PCA를 기반으로 분석한 odor map으로 휘발성 화합물 조성에 따른 시료 간의 상대적인 향기의 차이를 나타낸 것으로, PC1이 79.300%, PC2가 12.153%를 차지하고 있어 총 91.453%의 누적 점유율을 나타내었다. 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리한 나일론/PU 혼방 편성물의 가공조건에 따라 거리상 분리되어 나타났으며 분리 패턴에도 차이가 있음을 알 수 있다. 이는 동일한 나일론/PU혼방 편성물에 비타민나무 정유 함유 마이크로캡슐과 바인더의 농도를 달리하여 가공처리하였으므로 생긴 차이라고 해석할 수 있다. 미처리시료와 거리상 가장 멀리 떨어진 시료는 마이크로캡슐 농도가 가장 높은 60-15였으며, 거리가 가장 가까운 시료는 20-10으로, 이러한 거리가 방출된 향기의 강도 차이를 가리키는 것으로 보인다. 미처리 시료와 각 처리시료 간의 향기 강도 차이에 의한 거리를 정량적으로 분석한 결과는 <Fig. 2-54>와 같다. 미처리 시료와의 향기강도 차이를 거리로 계산한 수치는 마이크로캡슐 농도가 가장 낮은 20-10의 시료가 가장 낮았으며, 마이크로캡슐 농도가 높아질수록 그 거리가 점차 증가하는 추세를 보였다. 거리의 증가는 50-15 시료에 이르기까지 급격히 증가하는 경향이었으며, 60-10의 시료는 완만한 증가폭을 보여서 미처리 시료로부터 가장 먼 거리를 나타내었다. <Fig. 2-55>는 Radar plot에 의해 표시한 마이크로캡슐 가공처리 나일론/PU 혼방 편성물의 향기 변화에 영향을 주는 성분들은 FID1 MXT-5에서 8종, FID2 MXT-1701에서 8종의 총 16종으로 도출되었으며, 미처리 시료에 비하여 마이크로캡슐 가공처리 시료들의 주요 피크 면적이 더 크게 증가한 것을 알 수 있었다. 총 16종의 주요 피크 중에서 비극성 MXT-5 RT 19.06-1-A, 32.72-1-A, 약한 극성 MXT-1701 RT 17.45-2-A, 55.94-2-A, 72.81-2-A가 모든 시료에서 공통으로 방출되었는데, 60-15와 50-15의 시료 피크가 가장 확장된 형태를 보이고 있어서 해당 향기성분의 강도가 다른 시료들보다 더 크다고 할 수 있다. 향기강도가 상대적으로 강한 주요 향기성분으로 추정된 화합물과 후감각적인 특성은 <Table 2-29>에서 확인할 수 있다.



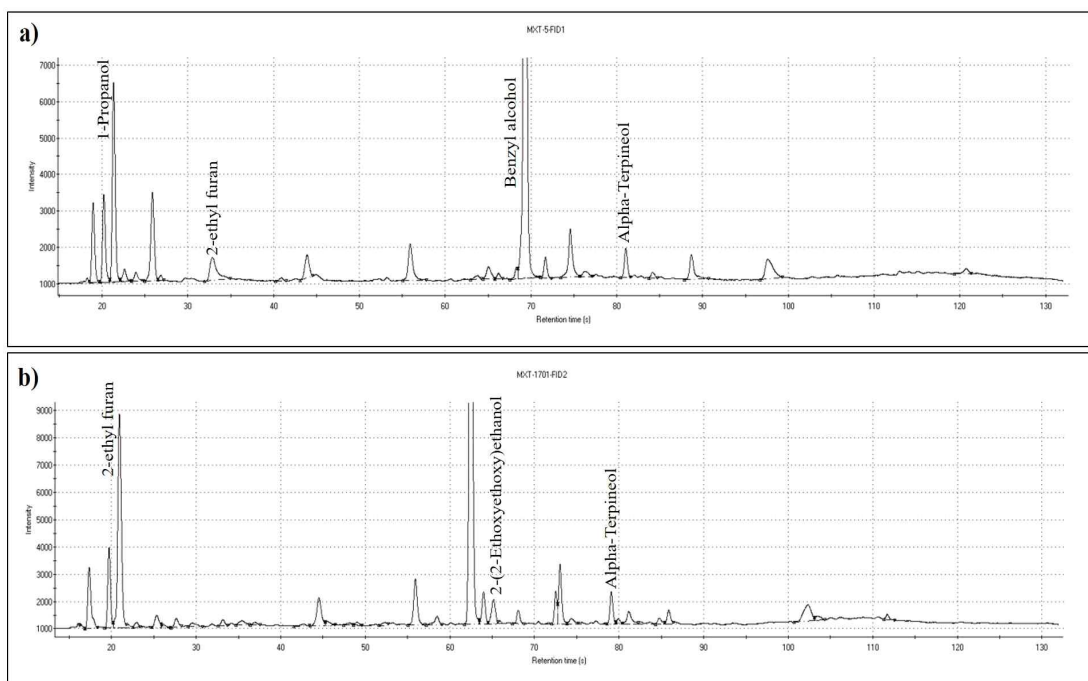


Fig. 2-52. Volatile profile of microcapsule-treated nylon/PU knit by SPM using e-nose: a) MXT-5, b) MXT-1701

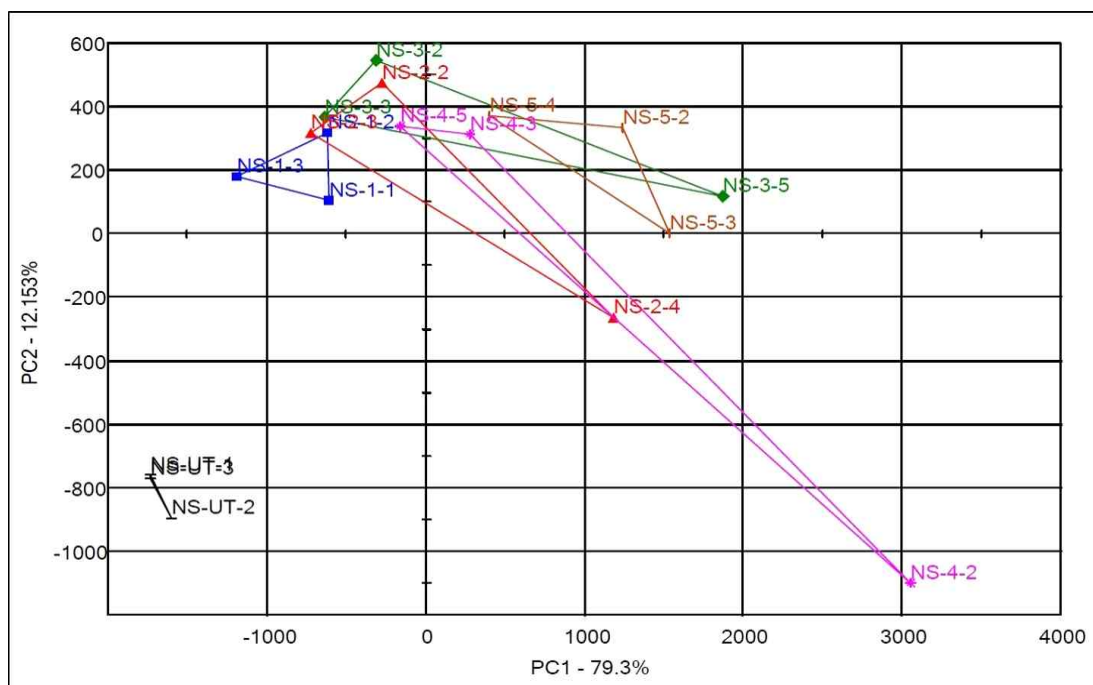


Fig. 2-53. PCA biplot by e-nose in response to microcapsule-treated nylon/PU knit fabric by SPM

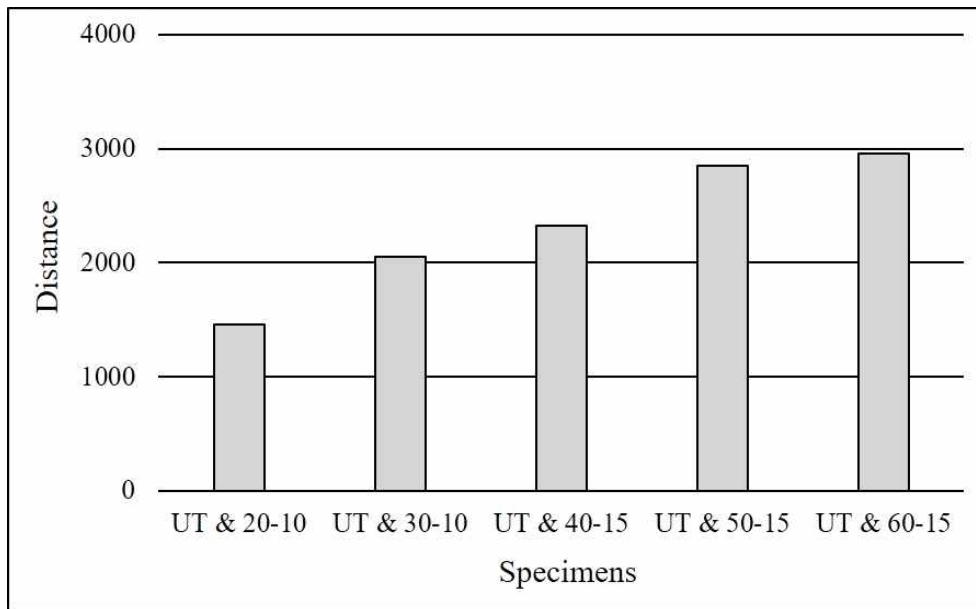


Fig. 2-54. Distance of aroma pattern by e-nose between untreated and microcapsule-treated nylon/PU knit by SPM

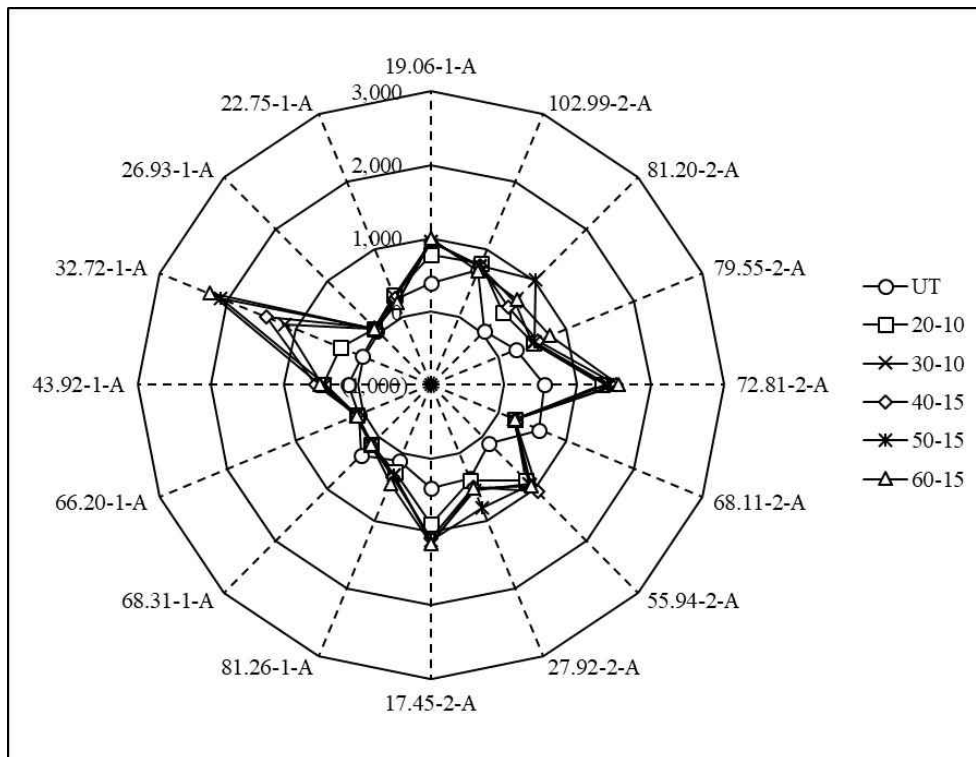


Fig. 2-55. Radial plots of 16 volatile compounds from microcapsule-treated nylon/PU knit by SPM using e-nose

Table 2-29. Volatile compounds identified in microcapsule-treated nylon/PU knit by SPM

MXT-5 RT <sup>(1)</sup> (RI <sup>(2)</sup> )	MXT-1701 RT <sup>(1)</sup> (RI <sup>(2)</sup> )	Possible identification	Formula	Sensory descriptor
32.72 (701)	27.92 (723)	2-ethyl furan	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O	Acidic; Burnt; burnt (sweet); Chemical; Earthy; Malty; Pungent; Rubber; Sweet
81.25 (1203)	79.55 (1303)	alpha-Terpineol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	Anise; Citrus; Floral; Fruity; Lilac; Minty; Oily; Peach; Pine; Toothpaste; Woody
19.06 (473)	-	Propanal	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O	acetaldehyde; Cocoa; Earthy; Etheral; Nutty; Plastic; Pungent; Solvent
22.75 (545)	-	1-Propanol	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O	Alcoholic; Ethanol; Fermented; Fruity; Fusel; Musty; Plastic; Pungent
26.93 (605)	-	Hexane	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	Alkane; Etheral; Gasoline; Kerosene
43.92 (805)	-	2-hexanol	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> O	Cauliflower; Chemical; Fatty; Fruity; Terpenic; Winey
66.20 (1010)	-	Methyl-cyclohexanecarboxylate	C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub>	Berry; Ester; Fruity; Pineapple
68.31 (1035)	-	benzyl alcohol	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O	Aromatic; Balsamic; Faint; Floral; Fruity; Phenolic; Rose; Sweet
-	17.45 (520)	Diethyl ether	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O	Etheral
-	55.94 (999)	heptan-2-ol	C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> O	Acrid; arctic bramble; Cheese; cheese (roquefort); Fatty; Floral; Fresh; Fruity; Green; Herbaceous; Lemon; lemon (fresh); Melon; Moldy; Mushroom; Oily; Pungent; Sweet
-	68.11 (1142)	2-(2-Ethoxyethoxy)ethanol	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> O <sub>3</sub>	Mild; Pleasant
-	72.81 (1210)	n-nonanal	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	Aldehydic; Chlorine; Citrus; Fatty; Floral; Fresh; Fruity; Gaseous; Gravy; Green; Lavender; Melon; Orange; Orange peel; Orris; Peely; pungent (slightly); Rose; Soapy; Sweet; Tallowy; Waxy
-	81.20 (1333)	p-Cresol	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O	Animal; Medicinal; Phenolic; Smoky
-	102.99 (1611)	gamma-decalactone	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	Coconut; Fatty; Fresh; fruity (dried); Lactone; Oily; oily (fresh); Peach; Sweet; Wax

#### 4) 강연도

비타민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐로 가공처리한 면 편성물의 강연도를 <Table 2-30>에 제시하였다. 드레이프 강경도(C)는 그 값이 클수록 수직으로 드리워지기 어려워 드레이프성이 나쁘고, 그 값이 작을수록 수직으로 드리워지기 쉬워서 드레이프성이 우수한 것을 의미한다(Choi et al., 2005). 면 편성물은 미처리 시에 드레이프 강경도 값이 2.08이었는데 마이크로캡슐 가공처리한 후에는 침지법(BIM)과 스크린 프린팅법(SPM) 모두에서 드레이프 강연도 값이 전반적으로 증가하여서 드레이프성이 저조해지는 경향이라고 할 수 있었다. 그러나 드레이프성의 저하가 크지 않으며 마이크로캡슐과 바인더의 농도 증가에 따른 뚜렷한 추이가 발견되지 않아서, 마이크로캡슐 가공처리가 면 편성물에 미치는 영향이 크지 않다고 사료된다. 굴곡 강경도(E)는 무게가 무거운 소재일수록 그 값이 커지며 굽혀지기 시작하는 거리가 동일하더라도 직물 무게가 무거운 경우에 더 큰 값을 갖는다. <Table 2-31>에서 침지법(BIM)과 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리된 면 편성물의 굴곡 강경도 값을 살펴보면, 미처리 시료에 비하여 모든 가공처리된 면 편성물의 굴곡 강경도가 더 큰 값을 보였다. 그러나 마이크로캡슐 농도 증가에 따른 추이가 명확하지 않아서 마이크로캡슐의 농도 증가가 굴곡 강경도에 미치는 영향이 뚜렷하지 않다고 할 수 있다. 침지법(BIM)과 스크린 프린팅법(SPM)에 따른 강연도의 차이를 살펴보면, 드레이프 강경도(C)는 침지법(BIM)에서 보다 스크린 프린팅법(SPM)에서 다소 높은 값을 보여서 더 뻣뻣한 경향이라고 할 수 있다. 이는 앞에서 고찰한 마이크로캡슐의 부가량에서 알 수 있듯이, 침지법(BIM)에서보다 스크린 프린팅법(SPM)에서 훨씬 높은 마이크로캡슐 부가량을 얻었기 때문에 섬유 표면과 섬유와 섬유 사이에 부착된 마이크로캡슐과 바인더로 인하여 면 편성물 전체가 더 뻣뻣해진 것으로 풀이된다. 또한 굴곡 강경도(E)에서도 침지법(BIM)보다 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리한 면 편성물의 증가가 다소 더 높게 나타났다. 이는 스크린 프린팅법(SPM)에 의해 마이크로캡슐 부가량이 더 증가되는 경향이며 이때 직물 소재의 무게 또한 더 증가하므로, 굴곡 강경도(E) 값의 증가에 유의한 영향을 미쳤을 것이라고 사료된다.

Table 2-30. Drape stiffness of microcapsule-treated cotton knit by BIM & SPM

Microcapsules - binder Conc. (% , owf)	Drape stiffness C (cm)					
	BIM			SPM		
	Warp	Weft	Mean	Warp	Weft	Mean
UT	2.26	1.89	2.08	2.26	1.89	2.08
20-7	2.38	1.99	2.19	2.45	2.08	2.27
30-7	2.39	1.93	2.16	2.34	2.01	2.18
40-10	2.33	1.97	2.15	2.42	2.11	2.27
50-10	2.30	1.98	2.14	2.39	2.02	2.21
60-10	2.36	1.99	2.18	2.43	2.03	2.23

Table 2-31. Flex stiffness of microcapsule-treated cotton knit by BIM & SPM

Microcapsules - binder Conc. (% , owf)	Flex stiffness E (cm·g)					
	BIM			SPM		
	Warp	Weft	Mean	Warp	Weft	Mean
UT	0.176	0.100	0.138	0.191	0.106	0.148
20-7	0.210	0.126	0.168	0.230	0.138	0.184
30-7	0.211	0.112	0.162	0.200	0.128	0.164
40-10	0.201	0.121	0.161	0.219	0.146	0.182
50-10	0.192	0.124	0.158	0.215	0.131	0.173
60-10	0.210	0.127	0.169	0.225	0.131	0.178

비타민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐로 가공처리한 나일론/PU 혼방 편성물의 강연도를 측정한 결과는 <Table 2-32>과 <Table 2-33>에 제시하였다. 드레이프 강경도(C)는 <Table 2-32>에서 알 수 있듯이 미처리 시료가 1.60의 값을 가진 데에 반하여, 가공처리한 시료는 그 값이 모두 증가한 결과를 보였다. 즉 마이크로캡슐의 처리에 의하여 나일론 섬유 표면과 섬유 간극에 마이크로캡슐과 바인더가 부착되면서, 전반적으로 직물 소재의 강연도가 증가하는 것으로 풀이된다. 침지법(BIM)으로 처리한 시료들은 마이크로캡슐 농도가 드레이프 강경도(C)와 뚜렷한 비례관계를 보이지 않아서, 마이크로캡슐 농도와는 명확한 관계가 보이지는 않았다. 그러나 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리하여 더 높은 부가량을 얻은 나일론/PU혼방 편성물에서는 마이크로캡슐 농도와 비례하여 드레이프 강경도(C)가 증가하는 것을 알 수 있었다. 이는 면 편성물에서와 마찬가지로 스크린 프린팅법(SPM)에 의해 마이크로캡슐 부가량이 더 증가하게 되며, 이에 따라 가공처리된 직물 소재가 더 뻣뻣해져서 나타난 결과라고 할 수 있다. 또한 부가량의 증가로 직물소재의 무게가 더 증가하게 되므로, <Table 2-33>에서 알 수 있듯이 시료의 무게가 변인으로 작용하는 굴곡 강경도(E)의 값이 더 증가한 것으로 풀이된다.

Table 2-32. Drape stiffness of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM & SPM

Microcapsules - binder Conc. (% , owf)	Drape stiffness C (cm)					
	BIM			SPM		
	Warp	Weft	Mean	Warp	Weft	Mean
UT	1.58	1.61	1.60	1.58	1.61	1.60
20-10	1.74	1.71	1.73	2.06	1.96	2.01
30-10	1.77	1.75	1.76	1.93	1.67	1.80
40-15	1.82	1.82	1.82	1.94	1.95	1.95
50-15	1.80	1.68	1.74	2.13	1.99	2.06
60-15	1.78	1.72	1.75	2.14	2.04	2.09

Table 2-33. Flex stiffness of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM & SPM

Microcapsules - binder Conc. (% , owf)	Flex stiffness E (cm·g)					
	BIM			SPM		
	Warp	Weft	Mean	Warp	Weft	Mean
UT	0.088	0.083	0.085	0.088	0.083	0.085
20-10	0.094	0.090	0.092	0.157	0.137	0.147
30-10	0.100	0.097	0.098	0.134	0.087	0.110
40-15	0.110	0.108	0.109	0.137	0.139	0.138
50-15	0.107	0.086	0.097	0.183	0.149	0.166
60-15	0.101	0.091	0.096	0.183	0.159	0.171

#### 5) 투습성

면 편성물에 비타민나무 열매 정유를 함유한 마이크로캡슐을 가공처리한 후의 투습율 변화를 <Table 2-34>에 제시하였다. 가공처리하지 않은 미처리 시료의 투습율은 20.01(%)였으며, 마이크로캡슐 가공처리에 의해 침지법(BIM)과 스크린 프린팅법(SPM) 모두에서 투습율이 미비하게 증가한 경향을 보였다. 또한 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리한 면 편성물의 투습율이 침지법(BIM)으로 가공처리한 면 편성물에서보다 약간 더 높게 나타났다. 일반적으로 섬유 표면에 다른 물질을 코팅 형식으로 후처리하면, 기공을 메꾸게 되어 투습율이 감소하게 되지만, 비타민나무 열매 정유의 마이크로캡슐 벽물질을 구성하는 키토산과 아라비아검이 수산기를 가진 친수성 화합물이기 때문에 공기 중의 수분을 더 흡착하게 되어 나타난 결과라고 사료된다. 그러나 전반적으로 미처리 시료와 비교하여, 마이크로캡슐 가공처리한 시료들의 투습율은 유의한 증가를 보이지는 않았다. 따라서 비타민나무 열매 정유를 함유한 키토산-아라비아검 마이크로캡슐로 가공처리한 면 편성물의 투습율에는 미처리 시와 비교하여 의미있는 변화는 찾을 수 없어서, 직물 소재의 투습율에 영향을 미친다고 할 수 없다고 사료된다.

Table 2-34. Water vapor permeability of microcapsule-treated cotton knit by BIM & SPM

Microcapsule - binder Conc. (% , owf)	Water vapor permeability (%)	
	BIM	SPM
UT	20.01	20.01
20-7	23.14	23.99
30-7	21.72	22.71
40-10	21.38	20.86
50-10	20.10	20.31
60-10	20.11	20.52

<Table 2-35>은 비타민나무 열매 정유 함유 마이크로캡슐을 침지법(BIM)과 스크린 프린팅법(SPM)으로 각각 가공처리한 나일론/PU 혼방 편성물의 투습율을 비교한 결과이다. 침지법(BIM)에서 미처리 시료의 투습율은 25.67%이었으며, 마이크로캡슐 농도가 증가할수록 처리 시료의 투습율은 다소 감소하는 경향을 나타내었다. 스크린 프린팅법(SPM)에서 미처리 시료의 투습율은 23.70%이었으며, 마이크로캡슐 처리에 의해 20-7의 조건으로 처리된 시료는 투습율이 다소 증하였으나 전반적으로 마이크로캡슐 가공처리 시료의 투습율은 미처리 시료보다 약간 낮은 추이를 나타내었다. 면 편성물과 달리 마이크로캡슐 가공처리에 의해 투습율이 낮아진 이유는 나일론/PU 혼방 편성물이 면 편성물보다 밀도가 더 치밀한 경편성 조직을 가지고 있어서, 마이크로캡슐 가공에 의해 직물소재 표면 기공의 감소가 더 확연히 일어나기 때문으로 보인다. 그러나 전반적으로 투습율의 감소는 미비하며, 마이크로캡슐 농도에 따른 추이도 명확하지 않았다. 따라서 비타민나무 열매 정유를 함유한 키토산-아라비아검 마이크로캡슐의 가공처리는 나일론/PU 혼방 편성물의 투습율에 의미있는 영향을 미친다고 할 수 없을 것이다.



Table 2-35. Water vapor permeability of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM & SPM

Microcapsule - binder Conc. (% , owf)	Water vapor permeability (%)	
	BIM	SPM
UT	25.67	23.70
20-10	23.15	27.03
30-10	21.10	23.53
40-15	20.55	21.24
50-15	22.00	20.20
60-15	21.15	22.20

## 6) 공기투과도

통기성은 투습성과 함께 직물 소재의 온열생리적 쾌적성을 결정짓는 주요 인자 중의 하나이다. 통기성을 평가하는 방법에는 여러 가지가 있는데, 일정시간, 일정 공기 양을 시료에 통과시키기 위해 시료에 가해지는 공기의 압력을 측정하여 이 값이 증가할수록 공기의 투과가 용이하지 않아서 통기성이 저조함을 의미하기도 한다(Choi 2002). 본 연구에서 사용한 KS K ISO 9237법은 일정 공기압력 하에 일정 시간동안 시료에 통과한 공기의 양을 측정하는 원리로서, 그 값이 클수록 공기투과도, 즉 통기성이 우수하다고 할 수 있다. 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐을 가공처리한 면 편성물의 공기투과도 측정 결과를 <Table 2-36>에 제시하였다. 미처리 시료에 비하여 침지법(BIM)과 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공 처리된 시료들은 모두 공기 투과도가 다소 낮아지는 경향을 보였다. 이는 비타민 E를 함유한 마이크로캡슐로 가공한 직물의 공기투과도를 평가한 선행연구(Son et al., 2014; )의 결과와 일치하였다. 또한 마이크로캡슐이 원사 사이의 간격을 메워

공기 흐름이 직물을 통과하는 것을 더 어렵게 만들기 때문에 해석된다(Cheng et al, 2010). 그러나 침지법(BIM)과 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공한 시료들 간의 차이는 뚜렷하지 않았으며, 마이크로캡슐의 농도 증가에 따른 공기투과도의 차이도 보이지 않았다. 따라서 비타민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐로 가공처리한 면 편성물의 공기투과도는 처리 전보다는 약간 감소하나, 가공방법과 마이크로캡슐 농도에 따른 부가량에는 거의 영향을 받지 않는 것으로 판단되었다.

한편 나일론/PU 혼방 편성물에 마이크로캡슐을 가공처리하여 공기투과도를 측정한 결과를 <Table 2-37>에 제시하였다. 마이크로캡슐로 가공처리한 나일론/PU 혼방 편성물은 전반적으로 미처리 시료에 비해 공기투과도가 다소 낮은 값을 보이는 경향이어서 마이크로캡슐이 섬유 간극을 메꾸어 통과할 수 있는 공기의 양이 감소하는 것으로 보인다. 그러나 침지법(BIM)과 스크린 프린팅법(SPM) 사에는 명확한 차이가 보이지 않았으며, 마이크로캡슐의 농도 차이에 따른 공기투과도의 차이도 보이지 않았다. 따라서 나일론/PU 혼방 편성물에 대한 비타민 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐의 처리는 공기투과도를 다소 감소시키나 쾌적성에 영향을 미칠 정도라고 할 수는 없으며, 가공 방법과 마이크로캡슐 농도에 따른 차이도 찾아보기 힘든 것을 알 수 있었다.

Table 2-36. Air permeability of microcapsule-treated cotton knit by BIM & SPM

Microcapsule - binder Conc. (% , owf)	Air permeability (cm <sup>3</sup> /min/cm <sup>2</sup> )	
	BIM	SPM
UT	465.5	423.2
20-7	453.1	420.1
30-7	405.7	415.7
40-10	437.5	404.5
50-10	415.9	444.0
60-10	449.6	428.9

Table 2-37. Air permeability of microcapsule-treated nylon/PU knit by BIM & SPM

Microcapsule - binder Conc. (% , owf)	Air permeability (cm <sup>3</sup> /min/cm <sup>2</sup> )	
	BIM	SPM
UT	910.0	901.3
20-10	864.0	819.4
30-10	931.0	913.8
40-15	945.2	902.9
50-15	901.2	816.1
60-15	899.1	877.2

### 3.3.2. 피부건강기능성

비타민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐로 가공처리한 직물의 피부건강기능성으로서 KS K 0693에 의한 항미생물성을 평가하였다. <Table 2-38>는 면 편성물에 침지법(BIM)으로 마이크로캡슐을 처리한 후 포도상구균과 폐렴간균에 대해 균 감소율을 측정된 결과이다. 면 편성물은 세탁을 하지 않은 세탁 0회에서는 포도상구균의 균 감소율이 76.0%를 나타내었으며, 폐렴간균에 대한 균 감소율은 0%를 나타내었다. 일반적으로 항미생물성을 인정받는 균 감소율은 90% 이상으로서, 마이크로캡슐을 침지법(BIM)으로 가공처리한 면 편성물의 포도상구균 및 폐렴간균에 대한 균 감소율은 이에 못 미쳐서, 충분한 항미생물성을 갖추고 있다고 할 수 없었다. 가공처리한 면 편성물의 반복 세탁에 따른 균 감소율을 살펴보면, 1회 세탁 후에 포도상구균에 대한 감소율은 88.5%였으며, 5회와 10회 세탁 후에는 모두 46.4%의 감소율을 보여서 세탁이 반복됨에 따라 포도상구균에 대한 균 감소율이 점차 낮아지는 것을 알 수 있었다.

한편 면 편성물에 스크린 프린팅법(SPM)으로 마이크로캡슐을 가공처리하여 항미생물성은 <Table 2-39>와 같이 세탁 전인 세탁 0회에서는 포도상구균에 대한 균 감소율이 96.0%로서 항미생물성이 매우 우수함을 알 수 있었다. 이는 면 편성물에 가해진 마찰과 압력에 의하여 섬유에 부착된 마이크로캡슐에 담지된 비타민나무 열매 정유가 섬유 표면으로 방출되면서, 앞에서 규명된 비타민나무 열매 정유가 가지는 포도상구균에 대한 항균성이 발휘된 것으로 풀이할 수 있다. 또한 침지법으로 마이크로캡슐을 가공처리한 면 편성물보다 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리한 면 편성물에서 더 높은 균 감소율이 나타난 것은 스크린 프린팅법(SPM)에 의해 마이크로캡슐의 부가량이 더 높아졌으며 마이크로캡슐에서 방출되는 비타민나무 열매 정유의 양 또한 더 많아질 수 있기 때문으로 사료된다. 이에 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리한 나일론/PU혼방 편성물은 세탁 1회에서 10회에 이르기까지 포도상구균에 대한 감소율이 90% 이상을 유지하여서 항미생물성에 대한 세탁 내구성 또한 우수한 것을 알 수 있었다. 그러나 폐렴간균에 대해서는 침지법(BIM)에 의한 가공 면 편성물에서와 마찬가지로 균 감소율이 모두 0%이므로, 폐렴균에 대한 저항성이 거의 없다고 사료된다.

Table 2-38. Antimicrobial activity against *S. aureus* and *K. pneumoniae* of microcapsule-treated cotton knit (BIM) depending on laundry repetition



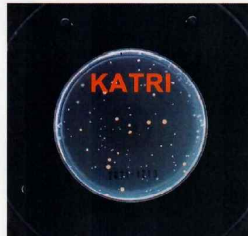
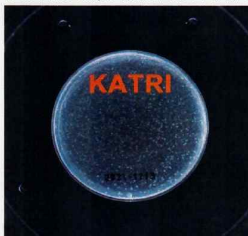
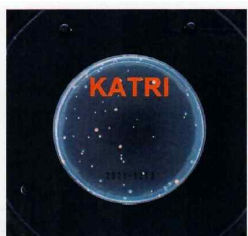



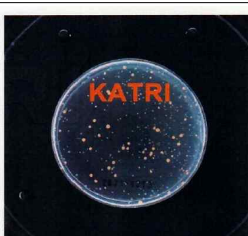






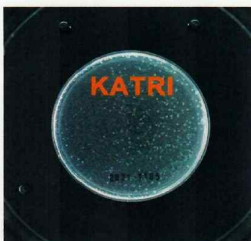
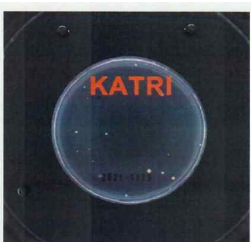
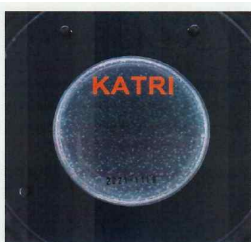


Microcapsule		Bacterial reduction rate (%)			
(%, owf)	Laundry repetition	<i>Staphylococcus aureus</i>		<i>Klebsiella pneumoniae</i>	
Control	-	-		-	
			[ 대조편(Control sample), After (18 ± 1) h ]		[ 대조편(Control sample), After (18 ± 1) h ]
60-10	0	76.0		0.0	
			시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #3		시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #3
	1	88.5		0.0	
			시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6		시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6
	5	46.4		0.0	
		시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #9		시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #9	
	10	46.4		0.0	
			시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6		시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6

Table 2-39. Antimicrobial activity against *S. aureus* and *K. pneumoniae* of microcapsule-treated cotton knit (SPM) depending on laundry repetition

Microcapsule		Bacterial reduction rate (%)			
(%, owf)	Laundry repetition	<i>Staphylococcus aureus</i>		<i>Klebsiella pneumoniae</i>	
Control	-	-	 대조편(Control sample), After (18 ± 1) h	-	 대조편(Control sample), After (18 ± 1) h
60-10	0	96.0	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #5 ]	0.0	 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #5
	1	93.3	 [ 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6 ]	0.0	 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6
	5	93.1	 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #5	0.0	 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #5
	10	91.5	 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6	3.7	 시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6

나일론/PU혼방 편성물에 비타민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐을 가공처리하여 KS K 0693에 의한 향미생물성을 평가한 결과는 <Table 2-40>과 <Table 2-41>에 제시하였다. 침지법(BIM)을 이용하여 마이크로캡슐을 나일론/PU 혼방 편성물의 포도상구균과 폐렴간균에 대한 균 감소율을 세탁 회수에 따라 측정한 결과는 <Table 2-40>과 같다. 가공처리된 나일론/PU 혼방 편성물은 세탁을 하지 않은 세탁 0회에서는 포도상구균과 폐렴간균에 대한 균 감소율이 모두 99.3%를 나타내어서 향미생물성이 매우 우수한 것으로 규명되었다. 나일론/PU 혼방 편성물은 1회 세탁 후에도 두 균종에 대한 높은 균 감소율이 계속 유지되었다. 5회 세탁 후에는 포도상구균과 폐렴간균에 대한 균 감소율이 모두 95.6%를 보여서 5회 세탁 후에도 향미생물성이 우수하게 유지되는 것을 알 수 있었다. 10회 세탁 후에는 포도상구균에 대해서는 90.7%의 균 감소율을, 폐렴간균에 대해서는 94.6%의 균 감소율을 나타내어, 향미생물성이 우수하다고 할 수 있었다. 본 실험에 사용된 마이크로캡슐 60%(owf)-바인더 15%(owf)로 가공처리된 나일론/PU 혼방 편성물은 마이크로캡슐의 부가량이 동일한 BIM가공법으로 처리된 면 편성물에 비하여 약간 낮은 경향을 보였으나, 직물 자체의 무게가 면 편성물보다 더 무거워 실제 부착된 마이크로캡슐의 양에는 큰 차이가 없을 것으로 사료된다. 또한 면 편성물과 나일론/PU혼방 편성물은 직물 조직과 섬유 굵기 및 섬유장이 서로 다르므로 마이크로캡슐의 부착 위치와 마찰이 가해질 때 마이크로캡슐 벽이 파괴되는 정도에 차이가 있을 수 있다.

스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리한 나일론/PU혼방 편성물의 두 균종에 대한 균 감소율은 <Table 2-41>과 같다. 가공처리한 후 면 편성물은 세탁을 하지 않은 세탁 0회에서는 포도상구균의 균 감소율이 94.6%이었으며, 폐렴간균에 대한 균 감소율은 97.8%로 나타나서, 매우 우수한 향미생물성을 발휘하는 것을 알 수 있었다. 가공처리한 나일론/PU혼방 편성물의 포도상구균과 폐렴간균에 대한 균 감소율을 반복 세탁에 따라 편성물의 반복 세탁에 따른 균 감소율을 살펴보면, 1회 세탁 후에 포도상구균에 대해서는 95.4%의 감소율을, 폐렴간균에 대해 89.7%의 높은 감소율을 유지하였다. 그러나 세탁 5회 후에는 포도상구균에 대해 46.6%, 폐렴간균에 대해 86.0%로 균 감소율이 상당히 감소하였다. 세탁 10회 후에는 포도상구균의 감소율은 56.3%, 폐렴간균의 감소율은 87.9%을 보였다. 스크린 프린팅법(SPM)

으로 가공처리한 나일론/PU혼방 편성물은 마이크로캡슐의 부가량이 침지법(BIM)에 의해 가공처리된 나일론/PU혼방 편성물보다 훨씬 높으며, 향미생물성인 균 감소율 또한 세탁 전과 1회 세탁후에 높은 감소율을 유지하였다. 그러나 5회 세탁 후부터 균 감소율이 급격히 내려가서 섬유에 부착된 마이크로캡슐의 탈락이 상당히 발생한 것으로 풀이된다. 따라서 스크린 프린팅법(SPM)으로 가공처리된 나일론/PU혼방 편성물은 세탁에 따른 내구성을 개선할 필요가 있을 것으로 사료된다.



Table 2-40. Antimicrobial activity against *S. aureus* and *K. pneumoniae* of microcapsule-treated nylon/PU knit (BIM) depending on laundry repetition





















Microcapsule		Bacterial reduction rate (%)				
(%, owf)	Laundry repetition	<i>Staphylococcus aureus</i>		<i>Klebsiella pneumoniae</i>		
Control	-	-	 [ 대조판(Control sample), After (18 ± 1) h ]	-	 [ 대조판(Control sample), After (18 ± 1) h ]	
		0	99.3	 시험판 (Test sample), After (18 ± 1) h, #5 ]	99.3	 시험판 (Test sample), After (18 ± 1) h, #5 ]
60-15	1	99.9	 시험판 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6 ]	99.9	 시험판 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6 ]	
		5	95.6	 시험판 (Test sample), After (18 ± 1) h, #5 ]	95.6	 시험판 (Test sample), After (18 ± 1) h, #5 ]
		10	90.7	 시험판 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6 ]	94.6	 시험판 (Test sample), After (18 ± 1) h, #6 ]

Table 2-41. Antimicrobial activity against *S. aureus* and *K. pneumoniae* of microcapsule-treated nylon/PU knit (SPM) depending on laundry repetition

Microcapsule		Bacterial reduction rate (%)			
(%, owf)	Laundry repetition	<i>Staphylococcus aureus</i>		<i>Klebsiella pneumoniae</i>	
Control	-	-		-	
			대조편(Control sample), After (18 ± 1) h.]		대조편(Control sample), After (18 ± 1) h.]
60-15	0	94.6		97.8	
			시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h. #5]		시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h. #5]
		95.4		89.7	
			시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h. #6]		시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h. #6]
		46.6		86.0	
	시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h. #5]		시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h. #5]		
	10	56.3		87.9	
			시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h. #6]		시험편 (Test sample), After (18 ± 1) h. #6]

## 4. 결론 및 제언

본 연구는 비타민이 풍부하고 생리활성이 우수하다고 알려진 비타민나무 열매 정유를 마이크로캡슐화하고 이를 피부건강기능성 의류소재의 개발에 활용하기 위하여 수행되었다. 친환경 천연고분자인 키토산과 아라비아검을 벽물질로 하는 코아세르베이션 마이크로캡슐의 최적 제조 조건을 규명하고, 마이크로캡슐의 물리적 특성과 방출성을 확인하였으며, 나아가 마이크로캡슐 가공 직물의 물리적 성질과 쾌적성, 그리고 피부건강기능성인 향미생물성을 평가함으로써, 최근 소비자들의 기대하는 섬유 및 의류제품의 고부가가치화에 부응하고자 하였다. 연구 결과를 요약하면 다음과 같다.

첫째, 비타민나무 열매 정유는 자외선·가시광선 영역에서 472nm의 흡광에서 피크가 나타났으며, 비교적 높은 농도인 1%에서도 세포독성 측면에서 안전한 것으로 나타났다. 또한 열매 정유의 향미생물성 평가에서 황색포도상구균은 99.9% 이상의 우수한 향미생물성을 나타내었으며, 폐렴간균에 대해서는 46.4%의 낮은 균감소율을 나타내었다.

둘째, 비타민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐이 최적의 입도크기와 입도분포, 수율을 얻을 수 있는 제조 조건을 반응표면분석을 이용하여 분석한 결과, 비타민나무 열매 정유 4.480(wt%), 비이온계면활성제 유화제 4.5803(wt%) 교반속도 10.3535rpm, 교반시간 3분 3434초의 최적 조건이 도출되었으며, 그 결과로서 마이크로캡슐의 평균 입도 크기의 최적화 모델이 가장 적합하다고 판단되었다. 최적 조건으로 제조한 마이크로캡슐의 심물질과 벽물질이 FT-IR 분석으로 확인되었으며, 열적 성질과 방출성에서 안정된 것을 알 수 있었다.

셋째, 비타민나무열 열수추출물의 염색 연구에서와 동일한 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물을 대상으로 침지법과 스크린 프린팅법의 두 가지 가공법으로 비타

민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐을 후가공 처리하였다. 마이크로캡슐의 부가량(add-on)은 두 섬유 소재 모두 침지법에서보다 스크린 프린팅법 가공에서 더 높게 나타나는 경향을 보였으며, 마이크로캡슐 농도에 비례하여 부가량이 증가하는 경향이였다.

넷째, 비타민나무 열매 정유를 함유하는 키토산-아라비아검 마이크로캡슐로 가공처리한 직물의 마찰에 의해 발생하는 향기 성분의 방출성을 전자코를 이용하여 분석한 결과, 가공처리한 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물의 향기 휘발성 및 방출성은 미처리 직물과 뚜렷이 구별되며, 가공처리된 직물에서는 마이크로캡슐의 처리 농도가 증가할수록 동일한 향기성분의 검출 강도 또한 증가하는 경향이였다. 따라서 전자코로 감지된 향기성분 방출 강도로 마이크로캡슐의 부가량과 이에 담지된 비타민나무 열매 정유의 방출량을 예측할 수 있다고 사료되였다.

다섯째, 비타민나무 열매 정유를 함유한 키토산-아라비아검 마이크로캡슐로 가공한 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물의 전반적인 물리적 성질과 쾌적성을 평가한 결과, 마이크로캡슐캡슐 가공에 의해 전반적으로 강연도는 다소 증가하며 투습성과 공기투과도는 다소 감소하는 경향을 보였으나, 마이크로캡슐 처리 농도와는 뚜렷한 관계가 보이지 않아서, 비타민나무 열매 정유를 함유한 마이크로캡슐의 가공이 직물의 쾌적성을 저해하지는 않을 것으로 판단되였다.

여섯째, 비타민나무 열매 정유를 함유한 키토산-아라비아검 마이크로캡슐로 가공한 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물의 향미생물성을 평가한 결과, 스크린 프린팅법으로 가공된 면 편성물과 침지법으로 가공된 나일론/PU혼방 편성물에서 황색포도상구균에 대한 균 감소율이 반복세탁 후에도 90% 이상으로 우수하여서 피부건강기능성 소재로서의 활용이 기대되였다. 그러나 나일론/PU혼방 편성물은 스크린프린팅법 가공 후에 반복세탁에 따라 균 감소율이 급격히 감소하여 내구성의 개선이 요구되였다.

이상의 결과들은 기능성 마이크로캡슐의 심물질로서 비타민나무 열매 정유의 활용성을 타진하고 키토산-아라비아검을 벽물질로 하는 마이크로캡슐화의 최적조건 규명과 식물 가공방법에 따른 정유 방출성을 전자코를 이용하여 확인함으로써, 비타민나무 열매 정유를 함유하는 마이크로캡슐의 제조 및 가공처리 식물에서의 정유 방출성을 갖춘 신기술 개발에 토대가 되었다. 나아가 비타민나무 열매 정유를 함유한 키토산-아라비아검 마이크로캡슐로 가공처리한 면 편성물과 나일론/PU 혼방 편성물의 물리적 성질과 쾌적성을 검토하고 가공처리 식물의 향미생물성을 정량적으로 규명함으로써 새로운 천연물을 담지한 마이크로캡슐 가공 의류소재의 피부건강기능성을 제안하였다는 점에서 의의가 있다. 앞으로 후속 연구에서는 의류제품의 소재로서 실용성과 경제성을 고려하여 마이크로캡슐 가공 식물의 세탁 내구성을 개선할 수 있는 방안을 탐색하고, 피부건강기능성을 효과적으로 발휘할 수 있는 최적 처리조건에 대한 고찰이 수행되어야 할 것이다.

## 참고문헌

- Abdel-Zaher, N. A., El-Ebissy, A. A., & Al-Amoudy, E. S. (2018). Application of novel eco-friendly natural dye extracted from leaves of neem on silk fabric. *Asian Journal of Physical and Chemical Sciences*, 5(4), 1-16.
- Alam, M. M., Rahman, M. L., & Haque, M. Z. (2007). Extraction of henna leaf dye and its dyeing effects on textile fibre. *Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research*, 42(2), 217-222.
- Alemayehu, T., & Teklemariam, Z. (2014). Application of natural dyes on textile a review. *International Journal of Research Granthaalayah*, 2(2), 61-68.
- Ali, S., Noor, S., Siddiqua, U. H., Jabeen, S., & Hussain, T. (2016). Central composite design approach for optimization of extraction and dyeing conditions of marigold colorant. *Natural Products Chemistry & Research*, 4(4), 1-5.
- Amanuel, L., Adefris, D., Ajaw, E., Bekele N., & Abinet, A. (2019). Dye extraction and cotton dyeing from peach leaf. *Current Trends in Fashion Technology & Textile Engineering*, 5(3), 0068-0074.
- An, S. J. (2016). *The analysis of main ingredients influencing the skin and the inhibitory effects on cytotoxicity and nitric oxide(no) production in fat-soluble green tee extracts*. (Unpublished master's thesis) Nambu University
- Aracil, M. Á. B., Monllor, P., Capablanca, L., Gisbert, J., Díaz, P., & Montava, I. (2015). A comparison between padding and bath exhaustion to apply microcapsules onto cotton. *Cellulose*, 22(3), 2117-2127.

- Aras, A., Akkemik, Ü., & Kaya, Z. (2007). Hippophae rhamnoides L. fruit and seed morphology and its taxonomic problems in turkey. *Pakistan Journal of Botany*, 39(6), 1907-1916.
- Azizi, N., Chevalier, Y., & Majdoub, M. (2014). Isosorbide-based microcapsules for cosmeto-textiles. *Industrial Crops and Products*, 52, 150-157.
- Badamtsetseg, S., Bayanmunkh, A., Lkhagva, L., & Khurelbaatar, L. (2014). Fatty acid composition of sea buckthorn (Hippophae rhamnoides L.) oil. *Mongolia medicine research*, 3(169), 47-50.
- Bae, J. S., & Huh, M. W. (2006). Natural dyeing properties and antibacterial activity of nylon fabric dyed with cochineal. *Fashion & Textile Research Journal*, 8(6), 702-708.
- Baek, S. Y., Youn, S. Y., Oh, J. S., Oh, S. W., Kim, D. H., Kim, S. J., & Kim, M. R. (2020). Analysis of aromatic compounds of enteromorpha prolifera using electronic nose and GC/MS. *Journal of the Korean Society of Food Science and Nutrition*, 49(4), 344-355.
- Bagre, A. P., Jain, K., & Jain, N. K. (2013). Alginate coated chitosan core shell nanoparticles for oral delivery of enoxaparin In vitro and in vivo assessment. *International Journal of Pharmaceutics*, 456, 31-40.
- Baig, G. A. (2010). Dyeing nylon with indigo in various pH regions. *AUTEX research Journal*, 10, 21-25.
- Bal, L. M., Meda, V., Naik, S. N., & Satya, S. (2011). Sea buckthorn berries: a potential source of valuable nutrients for nutraceuticals and cosmoceuticals. *Food Research International*, 44(7), 1718-1727.
- Bartish, I. V., Jeppsson, N., Bartish, G. I., Lu, R., & Nybom, H. (2000). Inter-and intraspecific genetic variation in Hippophae (Elaeagnaceae) investigated by RAPD markers. *Plant Systematics and Evolution*, 225(1), 85-101.



- Bernath, J., & Földesi, D. (1992). Sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.): a promising new medicinal and food crop. *Journal of Herbs, Spices & Medicinal Plants*, 1(1-2), 27-35.
- Bhuiyan, M. R., Ali, A., Islam, A., Hannan, M. A., Kabir, S. F., & Islam, M. N. (2018). Coloration of polyester fiber with natural dye henna (*Lawsonia inermis* L.) without using mordant: a new approach towards a cleaner production. *Fashion and Textiles*, 5(1), 1-11.
- Bolor, B., Egelmaral, G., Munkhtsetseg, J., & Narantsetseg, L. (2016). Oil extraction and total carotenoid determination of seabuckthorn (*Hippopnae rhamnoides* ssp. *mongolica*) seed of mongolian origin. *Science International Lahore*, 28(3), 2508-2510.
- Carfagna, C., & Persico, P. (2006). Functional textiles based on polymer composites. *In Macromolecular Symposia*, 245(1), 355-362.
- Chairat, M., Bremner, J. B., & Chantrapromma, K. (2007). Dyeing of cotton and silk yarn with the extracted dye from the fruit hulls of mangosteen *garcinia mangostana* Linn. *Fibers and Polymers*, 8(6), 613-619.
- Chatha, S. A. S., Asgher, M., & Iqbal, H. M. (2017). Enzyme-based solutions for textile processing and dye contaminant biodegradation –a review. *Environmental Science and Pollution Research*, 24(16), 14005-14018.
- Chattopadhyay, S. N., Pan, N. C., Roy, A. K., Saxena, S., & Khan, A. (2013). Development of natural dyed jute fabric with improved colour yield and UV protection characteristics. *Journal of the Textile Institute*, 104(8), 808-818.
- Chengaiyah, B., Rao, K. M., Kumar, K. M., Alagusundaram, M., & Chetty, C. M. (2010). Medicinal importance of natural dyes-a review. *International Journal of PharmTech Research*, 2(1), 144-154.
- Cheng, S. Y., Yuen, C. W. M., Kan, C. W., Cheuk, K. K. L., & Tang, J. C.



- O. (2010). Systematic characterization of cosmetic textiles. *Textile Research Journal*, 80(6), 524-536.
- Cho, G. S., & Kim, A. J. (2015). Antioxidative activity of sea buckthorn and quality characteristics of brown rice sulgidduk. *Family and Environment Research*, 53(1), 17-27.
- Cho, I. S. (2015). *Natural dyeing of fabrics with hibiscus syriacus L. and hibiscus subdariffa L. extract.* (Unpublished master's thesis) Gyeongsang National University.
- Cho, K. R. (2004). *Natural dyes and dyeing.* Seoul: Hyungseul, 65-78.
- Choi, K. Y. (2002). *Development of thermal storage/release fabric treated with microcapsules containing octadecane by screen printing method.* (Unpublished master's thesis). Yonsei National University, Seoul.
- Choi, M. H., Ryu, E. M., Oh, D. S., & Shin, H. J. (2012). Improvement of acne condition in skin care using camellia japonica L. extracts. *The Korean Society for Aesthetics and Cosmetology*, 10(3), 661-672.
- Choi, Y. J., & Ryu, H. S. (2005). The drape behavior of DP finished cellulosic fabrics. *Journal of the Korean Society of Clothing and Textiles*, 29(2), 340-346.
- Chung, S. J., Lim, C. R., & Noh, B. S. (2008). Understanding the sensory characteristics of various types of milk using descriptive analysis and electronic nose. *Korean Journal of Food Science and Technology*, 40(1), 47-55.
- Cojocaru, G. A., & Antoce, A. O. (2019). Influence of glutathione and ascorbic acid treatments during vinification of feteasca regala variety and their antioxidant effect on volatile profile. *Biosensors*, 9(4), 140.
- Das, M. P., Priyanka, R., Zaibunisa, A. R., & Sivagami, K. (2016). Eco safe textile coloration using natural dye. *International Journal of*

- Pharmaceutical Sciences Review and Research*, 39(1), 163-166.
- Demidova, N. (2007). Review of seabuckthorn research in the russian federation and new independent states (nis). *ISA2007 Proceedings of the 3rd International Seabuckthorn Association Conference, Paper 019*, 9-30.
- Dhandapani, R., & Sarkar, A. K. (2007). Antibacterial activity and UV property of shokonin on silk substrate. *Journal of Textile and Apparel, Technology and Management*, 5(4), 1-7.
- Ebru, G. E. N. Ç., & Aksoy, S. A. (2016). Fabrication of microencapsulated PCMs with nanoclay doped chitosan shell and their application to cotton fabric. *Textile and Apparel*, 26(2), 180-188.
- El Asbahani, A., Miladi, K., Badri, W., Sala, M., Addi, E. A., Casabianca, H., & Elaissari, A. (2015). Essential oils: From extraction to encapsulation. *International Journal of Pharmaceutics*, 483(1-2), 220-243.
- El-Nagar, K., Sanad, S. H., Mohamed, A. S., & Ramadan, A. (2005). Mechanical properties and stability to light exposure for dyed Egyptian cotton fabrics with natural and synthetic dyes. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 44(7), 1269-1279.
- Fan, F., Zhang, W., & Wang, C. (2015). Covalent bonding and photochromic properties of double-shell polyurethane-chitosan microcapsules crosslinked onto cotton fabric. *Cellulose*, 22(2), 1427-1438.
- Ganju, L., Padwad, Y., Singh, R., Karan, D., Chanda, S., Chopra, M. K., & Sawhney, R. C. (2005). Anti-inflammatory activity of Seabuckthorn (*Hippophae rhamnoides*) leaves. *International Immunopharmacology*, 5(12), 1675-1684.

- Gatin G. I. (1963) *Seabuckthorn*. Moscow: Publishing House of Agricultural Literature. (in Russian).
- Geethadevi, R., & Maheshwari, V. (2013). Functionalization of the selected regenerated cellulosic fabrics with herbal oil and evaluate the functional properties. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research*, 4(12), 4555-4558.
- Ghaheh, F. S., Khoddami, A., Alihosseini, F., Jing, S., Ribeiro, A., Cavaco-Paulo, A., & Silva, C. (2017). Antioxidant cosmetotextiles: cotton coating with nanoparticles containing vitamin E. *Process Biochemistry*, 59, 46-51.
- Ghoreishian, S. M., Maleknia, L., Mirzapour, H., & Norouzi, M. (2013). Antibacterial properties and color fastness of silk fabric dyed with turmeric extract. *Fibers and Polymers*, 14(2), 201-207.
- Ghosh, S., & Chipot, N. (2015). Embedding aromatherapy essential oils into textile fabric using  $\beta$ -Cyclodextrin inclusion compound. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 40, 140-143.
- Goo, S., Kang, I. S., & Bae, H. S. (2016). Dyeability of the fabrics dyed with herb extracts. *Textile Coloration and Finishing*, 28(1), 23-32.
- Goyal, A. K., Basistha, B. C., Sen, A., & Middha, S. K. (2011). Antioxidant profiling of hippophae salicifolia growing in sacred forests of sikkim india. *Functional Plant Biology*, 38, 697-701.
- Guliyev, V. B., Gul, M., & Yildirim, A. (2004). Hippophae rhamnoides L. chromatographic to determine chemical composition, use in traditional medicine and pharmacological effects. *Journal of Chromatography Biomedical*, 812, 291-307.
- Gulrajani, M. L. (2001). Present status of natural dyes. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 26, 191-201.
- Gupta, D., Kumari, S., & Gulrajani, M. (2001). Dyeing studies with hydroxyanthraquinones extracted from Indian madder part 2: dyeing

- of nylon and polyester with nordamncanthal. *Coloration Technology Society of Dyers and Colourists*, 117, 333-336.
- Gupta, S. M., Gupta, A. K., Ahmed, Z., & Kumar, A. (2011). Antibacterial and antifungal activity in leaf, seed extract and seed oil of seabuckthorn (*Hippophae salicifolia* D. Don) plant. *Journal of Plant Pathology and Microbiology*, 2(2), 1-4.
- Haji, A. (2019). Dyeing of cotton fabric with natural dyes improved by mordants and plasma treatment. *Progress in Color Colorants and Coatings*, 12, 191-201.
- Hassan, M. M., & Sunderland, M. (2015). Antimicrobial and insect-resist wool fabrics by coating with microencapsulated antimicrobial and insect-resist agents. *Progress in Organic Coatings*, 85, 221-229.
- Hebeish, A., Abdel-Mohdy, F. A., Fouda, M. M., Elsaid, Z., Essam, S., Tammam, G. H., & Drees, E. A. (2011). Green synthesis of easy care and antimicrobial cotton fabrics. *Carbohydrate Polymers*, 86(4), 1684-1691.
- Hong, S. (2010). *Dyeing properties of noni root extracts on silk*. (Unpublished master's thesis). Konkuk National University.
- Hong, S. J., Boo, C. G., Heo, S. U., & Shin, E. C. (2021). Comparative study between parts of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) for taste and flavor properties. *Journal of the Korean Society of Food Science and Nutrition*, 50(4), 384-394.
- Hou, X., Chen, X., Cheng, Y., Xu, H., Chen, L., & Yang, Y. (2013). Dyeing and UV-protection properties of water extracts from orange peel. *Journal of Cleaner Production*, 52, 410-419.
- Hu, J., Xiao, Z. B., Ma, S. S., Zhou, R. J., Wang, M. X., & Li, Z. (2012). Properties of osmanthus fragrance-loaded chitosan-sodium tripolyphosphate nanoparticles delivered through cotton fabrics. *Journal of Applied Polymer Science*, 123(6), 3748-3754.

- Hwang, E. J. (2007). *Preparation and characterization of biodegradable polymer microcapsules containing nifedipine*. (Unpublished master's thesis) Chungnam National University.
- Hwang, J. C. (2009). *Preparation and properties of urea formaldehyde microcapsules containing phytoncide oil*. (Unpublished master's thesis) Pusan National University.
- Hwang, S. H., Kim, M. S., Park, P. H., & Park, S. Y. (2016). Scent analysis using an electronic nose and flowering period of potted diploid and tetraploid cymbidium. *Korean Journal of Horticultural Science and Technology*, 34(1), 163-171.
- Im, S. J. (2000). *Preparation of the fragrant microcapsules and application on the textiles*. (Unpublished master's thesis) Chungnam National University.
- Iqbal, M. J., & Ashiq, M. N. (2007). Adsorption of dyes from aqueous solutions on activated charcoal. *Journal of Hazardous Materials*, 139(1), 57-66.
- Jabar, J. M., Ogunmokun A. I., & Taleat, T. A. A. (2020). Color and fastness properties of mordanted *Bridelia ferruginea* B dyed cellulosic fabric. *Fashion and Textiles*, 7(1), 1-13.
- Jadav, K. M., & Ninge Gowda, K. N. (2017). Antioxidant property of cotton fabric dyed with natural dye extracted from bark peel of *Araucaria columnaris*. *Journal of Polymer and Textile Engineering*, 4, 21.
- Jeong, Y. S., Jung, H. K., Youn, K. S., Kim, M. O., & Hong, J. H. (2009). Physiological activities of the hot water extract from *eriobotrya japonica* Lindl. *Journal of the Korean Society of Food Science and Nutrition*, 38(8), 977-982.
- Jeyaraj, J. M., Arumugam, M., & Kulandaiappan, V. (2015). A study on the functional properties of silk and polyester lyocell mixed fabric. *Revista Materialis Journal*, 20(04), 924-935.

- Jihad, R. (2014). Dyeing of silk using natural dyes extracted from local plants. *International Journal of Scientific & Engineering Research*, 5(11), 809-818.
- Jo, Y., Gu, S. Y., Chung, N., Gao, Y., Kim, H. J., Jeong, M. H., Jeong, Y. J., & Kwon, J. H. (2016). Comparative analysis of sensory profiles of commercial cider vinegars from Korea, China, Japan, and US by SPME/GC-MS, E-nose, and E-tongue. *Korean Journal of Food Science and Technology*, 48(5), 430-436
- Julaeha, E., Puspita, S., Eddy, D. R., Wahyudi, T., Nurzaman, M., Nugraha, J., & Al Anshori, J. (2021). Microencapsulation of lime (*Citrus aurantifolia*) oil for antibacterial finishing of cotton fabric. *RSC Advances*, 11(3), 1743-1749.
- Kamel, M. M., Helmy, H. M., Meshaly, H. M., & Abou, O. A. (2015). Antibacterial activity of cationised cotton dyed with some natural dyes. *Journal of Textile Science & Engineering*, 5(1), 1-5.
- Kang, S., & Lee, J. S. (2019). Functional ingredients of curcumae longae Rhizoma extracts and preparation of PVA nanofiber containing extracts. *The Korean Fiber Society*, 56(4), 198-207.
- Kapoor, D. N. (2017). A review on pharmacognostic, phytochemical and pharmacological data of various species of Hippophae (Sea buckthorn). *International Journal of Green Pharmacy (IJGP)*, 11(01).
- Katarzyna, S. P., & Kowalinski, J. (2008). Light fastness properties and UV protection factor of naturally dyed linen, hemp and silk. In *Proceedings, flaxbast 2008: international conference on flax and other bast PLANTS, Saskatoon, Canada*. Accessed (pp. 21-23).
- Kaur, T., Singh, G., & Kapoor, D. N. (2017). A review on pharmacognostic phytochemical and pharmacological data of various species of Hippophae (seabuckthorn). *International Journal of Green Pharmacy*, 11(1), 62-75.

- Kaushal, M., & Sharma, P. C. (2012). Seabuckthorn (Hippophae sp.) a potential nutritional goldmine of western himalayas. *Forestry Bulletin*, 12(2), 65-68.
- Kim, D. H. (2017). *Improvement of betalain pigments stability extracted from red beet root (Beta vulgaris L.) by microencapsulation*. (Unpublished master's thesis). Chonbuk National University.
- Kim, H. R., & Song, W. S. (2000). The production of microcapsules containing cinnamon and aromatic, antimicrobial finishing (Part 1). *Journal Korean Society of Clothing and Textiles*, 25, 569-576.
- Kim, J., Yu, C., & Kim, M. (2010). Phamalogical effect and component of sea buckthorn (Hippophae rhamnoides L.). *Korean Society for Plant Biotechnology*, 37, 47-56.
- Kim, K. S. (2009). *Developing environment-friendly textile products using chitosan as a natural finishing agent*. (Unpublished doctoral dissertation) Ewha Womans University.
- Kim, S. H. (2009). Dyeing properties and antibacterial activity of cotton fabric with Inonotus obliquus. *Journal of the Korean Society of Clothing and Textiles*, 33(11), 1774-1780.
- Kishimoto, N. (2018). Identification of specific odour markers in oil from diseased olive fruits using an electronic nose. *Chemical Engineering Transactions*, 68, 301-306.
- Kishimoto, N., & Kashiwagi, A. (2019). Prediction of specific odor markers in oil from olive fruit infested with olive scale using an electronic nose. In *2019 IEEE International Symposium on Olfaction and Electronic Nose*, 1-3.
- Koskovac, M., Cupara, S., Kipic, M., Barjaktarevic, A., Milovanovic, O., Kojicic, K., & Markovic, M. (2017). Sea buckthorn oil a valuable source for cosmeceuticals. *Journal of Cosmetics*, 4(40), 1-10.
- Krejcarová, J., Straková, E., Suchý, P., Herzig, I., & Karásková, K. (2015).

- Sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) as a potential source of nutraceuticals and its therapeutic possibilities—a review. *Acta Veterinaria Brno*, 84(3), 257-268.
- Kumaresan, M. (2018). Dyeing of silk fabric with eco-friendly natural dye obtained from flower of *thespesia populnea* using single mordants. *International Journal of ChemTech Research*, 11(2), 161-167.
- Kumar, R., Kumar, G. P., Chaurasia, O. P., & Singh, S. B. (2011). Phytochemical and pharmacological profile of seabuckthorn oil a review. *Research Journal of Medicinal Plant*, 5(5), 491-499.
- Lee, A. R., & Yi, E. (2013). Investigating performance of cotton and lyocell knit treated with microcapsules containing Citrus unshiu oil. *Fibers and Polymers*, 14(12), 2088-2096.
- Lee, E. J. (2016). *Natural Dyeing of fabrics with anthocyanins extract from aronia shell* (Unpublished master's thesis). Gyeongsang National University.
- Lee, E. R., Ahn, J. Y., Kang, Y. J., Choi, T. W., & Cho, S. G. (2006). Effects of flavonoids on the etoposide-or hydrogen peroxide-induced apoptosis in human keratinocyte HaCaT Cells. *Cancer Prevention Research*, 11(1), 58-64.
- Lee, H. J., Yoo, H. J., Kim, J. H., & Han, Y. S. (2002). Natural dyeing antimicrobiology of nylon fabrics. *The Korean Home Economics Association*, 40(11), 93-105.
- Lee, J. W., Park, J. H., Kim, J. S., Choi, E. Y., Han, S. N., Seong, E. S., Yu, C. Y., Kwon, Y. S., & Kim, M. J. (2011). Isolation of flavonol glycoside related to antioxidant activity from *Hippophae rhamnoides* leaves. *Korean Journal of Medicinal Crop Science*, 19(4), 251-256.
- Lee, L. H., Ma, J. Y., & Kim, J. C. (2013). The preparation and release property of alginate microspheres coated gelatin-cinnamic acid. *Applied Chemistry for Engineering*, 24(4), 471-475.



- Lehman T. A, Modali R, Boukamp P, Stanek J, Bennett W. P, Welsh J. A, Metcalf R. A, Stampfer M. R, Fusenig N, Rogan E. M. (1993). p53 mutations in human immortalized epithelial cell lines. *Carcinogenesis*, 14, 833-839.
- Li, L., Song, L., Hua, T., Au, W. M., & Wong, K. S. (2013). Characteristics of weaving parameters in microcapsule fabrics and their influence on loading capability. *Textile Research Journal*, 83(2), 113-121.
- Li, T. S. C., & Schroeder, W. R. (1996). Sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.): a multipurpose plant. *Horticulture Technology*, 6(4), 370-380.
- Liu, C., Liang, B., Shi, G., Li, Z., Zheng, X., Huang, Y., & Lin, L. (2015). Preparation and characteristics of nanocapsules containing essential oil for textile application. *Flavour and Fragrance Journal*, 30(4), 295-301.
- Lubinska-Szczygeł, M., Pudlak, D., Dymerski, T., & Namieśnik, J. (2018). Rapid assessment of the authenticity of limequat fruit using the electronic nose and gas chromatography coupled with mass spectrometry. *Monatshefte für Chemie-Chemical Monthly*, 149(9), 1605-1614.
- Makkar, P., Singh, S. S., & Rose, N. (2013). Colour fastness properties of tesu dyed silk. *Research Journal of Family, Community and Consumer Science*, 1(2), 1-5.
- Mancer, D., Allemann, E., & Daoud, K. (2018). Metformin hydrochloride microencapsulation by complex coacervation: Study of size distribution and encapsulation yield using response surface methodology. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 45, 184-195.
- Mani, T. A., Mani, S. M., Shah, A. G., & Masoodi, F. A. (2013). Optimizing

- conditions for antioxidant extraction from sea buckthorn leaf (Hippophae rhamnoides L.) as herbal tea using response surface methodology (rsm). *International Food Research Journal*, 20(4), 1677-1681.
- Martins, I. M. D. (2012). *Microencapsulation of thyme oil by coacervation: production, characterization and release evaluation* (Unpublished doctoral dissertation) University, Portugal, (Universidade do Porto).
- Melucci, D., Bendini, A., Tesini, F., Barbieri, S., Zappi, A., Vichi, S., & Toschi, T. G. (2016). Rapid direct analysis to discriminate geographic origin of extra virgin olive oils by flash gas chromatography electronic nose and chemometrics. *Food Chemistry*, 204, 263-273.
- Min, Y. S. (2004). *Example and application of surfactant in cosmetics (approaching new scientific education method through life science)*. (Unpublished master's thesis) Sungkyunkwan University.
- Mingyu, X., Xiaoxuan, S., & Jinhua, C. (1991). The medicinal research and development of seabuckthorn. *Journal of Soil and Water Conservation*, 1-11.
- Mongkhohrattanasit, R., & Punrattanasin, N. (2012). Properties of silk fabric dyed with eucaliptus, quercetin, rutin and tannin using padding techniques. In *Proc. RMUTP International Conference: Textiles & Fashion*.
- Monllor, P., Sánchez, L., Cases, F., & Bonet, M. A. (2009). Thermal behavior of microencapsulated fragrances on cotton fabrics. *Textile Research Journal*, 79(4), 365-380.
- Monllor, P., Capablanca, L., Gisbert, J., Díaz, P., Montava, I., & Bonet, Á. (2010). Improvement of microcapsule adhesion to fabrics. *Textile Research Journal*, 80(7), 631-635.
- Mozumder, S., & Majumder, S. M. M. H. (2016). Comparison between

- cotton and silk fabric dyed with turmeric natural colorant. *Journal of Science and Technology*, 11(2), 73-79.
- Munna, M. K. H., Chinyerenwa, A. C., Kamruzzaman, M., Hossain, M. A., & Rumi, T. M. (2017). The effect of natural reducing agents on denim fabric for the amelioration of natural fading effect via environmental erriendly approach. *Science Research*, 4(6), 146.
- Musinguzi, A., Mwasiagi, J. I., Wanyama, A., & Gumisiriza, O. (2019). Antimicrobial activity of cotton and silk fabrics dyed with Datura stramonium (Jimson weed) plant leaf extracts. *African Journal of Microbiology Research*, 13(29), 667-674.
- Mwangi, W. W., Ho, K. W., Ooi, C. W., Tey, B. T., & Chan, E. S. (2016). Facile method for forming ionically cross-linked chitosan microcapsules from Pickering emulsion templates. *Food Hydrocolloids*, 55, 26-33.
- Nam, J. O., Choi, C. H., Kim, J., Kang, S. M. & Lee, C. S. (2013). Fabrication of polymeric microcapsules in a microchannel using formation of double emulsion. *Korean Chemical Engineering Research*, 51(5), 597-601.
- Narayanan, S., Ruma, D., Gitika, B., Sharma, S. K., Pauline, T., Sai Ram, M., Ilavazhagan, G., Sawhney, R. C., Kumar, D., Banerjee, P. K. (2005). Antioxidant activities of seabuckthorn (Hippophae rhamnoides) during hypoxia induced oxidative stress in glail cells. *Molecular and Cellular Biochemistry*, 278, 9-14.
- Nazir, F., & Bashir, M. (2017). Chemical and antioxidant properties of Sea buckthorn (Hippophae rhamnoides). *The Pharma Innovation Journal*, 6(12), 173-6.
- Nelson, G. (2002). Application of microencapsulation in textiles. *International Journal of Pharmaceutics*, 242(1-2), 55-62.
- Nizam, M. E. H., Al Mamun, M. H., Yousuf, M. A., Ali, R., Rahman, L., & Miah,

- M. R. (2017). Dyeing of S/J cotton knit fabric with natural dye extracts from green walnut shells: assessment of mordanting effect on fastness properties. *Journal of Textile Science and Technology*, 3(02), 17-30. (염)
- Noh, B., Sarmandakh, B., & Yi, E. (2016). Fragrance characteristics of cotton knits treated with microcapsule containing citrus unshiu oil focused on the relationship between electronic nose analysis and subjective sensation. *Textile Science and Engineering*, 53(3), 143-150.
- Ohama, P., & Tumpat, N. (2014). Textile dyeing with natural dye from sappan tree (*Caesalpinia sappan* Linn.) extract. *International Journal of Materials in Textile Engineering*, 8, 432-434.
- Olas, B. (2018). The beneficial health of sea buckthorn (*Elaeagnus rhamnoides* (L.) A.Nelson) oil. *Journal of Ethnopharmacology*, 213, 183-190.
- Oyungerel, D., Juuperelmaa, U., Nasanjargal, D., Altangoo, G., & Battumur, S. (2014). Distribution and genetic resource of mongolian natural wild seabuckthorn. *Mongolian Journal of Agricultural Sciences*, 13(02), 55-59.
- Özyildiz, F., Karagönlü, S., Basal, G. Ü. L. D. E. M. E. T., Uzel, A., & Bayraktar, O. (2013). Micro-encapsulation of ozonated red pepper seed oil with antimicrobial activity and application to nonwoven fabric. *Letters in Applied Microbiology*, 56(3), 168-179.
- Padwad, Y., Ganju, L., Jain, M., Chanda, S., Karan, D., Banerjee, P. K., & Sawhney, R. C. (2006). Effect of leaf extract of Seabuckthorn on lipopolysaccharide induced inflammatory response in murine macrophages. *International Immunopharmacology*, 8(1), 46-52.
- Pal, A., Tripathi, Y. C., Kumar, R., & Upadhyay, L. (2016). Antibacterial efficacy of natural dye from melia composita leaves and its application in sanitized and protective textiles. *Journal of Pharmacy Research*, 10(4), 154-159.
- Pant, M. A. N. U., Lal, A. N. K. I. T. A., & Rani, A. N. J. U. (2014).

- Hippophae salicifolia D. Don-A plant with multifarious benefits. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 6(11), 37-40.
- Pati, F., Adhikari, B., & Dhara, S. (2011). Development of chitosan-tripolyphosphate fibers through pH dependent ionotropic gelation. *Carbohydrate Research*, 346(16), 2582-2588.
- Pawar, A. B., More, S. P., & Adivarekar, R. V. (2018). Dyeing of polyester and nylon with semi-synthetic azo dye by chemical modification of natural source areca nut. *Natural Products and Bioprospecting*, 8, 23-29.
- Prabhu, K. H., & Teli, M. D. (2014). Eco-dyeing using Tamarindus indica L. seed coat tannin as a natural mordant for textiles with antibacterial activity. *Journal of Saudi Chemical Society*, 18(6), 864-872.
- Rafalska, A., Abramowicz, K., & Krauze, M. (2017). Sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) as a plant for universal application. *World Scientific News*, 72, 123-140.
- Rajchal, R. (2009). *Seabuckthorn (Hippophae salicifolia) management guide*. Nepal: Rufford Maurice Laing Foundation, UK.
- Repon, R., Mamun, A. A., & Islam, M. T. (2016). Eco-friendly cotton coloration using banana (*Musa Sapientum*) waste optimization of dyeing temperature. *Universal Journal of Engineering Science*, 4(1), 14-20.
- Řezníček, V., & Plšek, J. (2008). Sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) the effective source of vitamine C. In *Proceedings of the Fifth Conference on Medicinal and Aromatic Plants of Southeast European Countries, (5th CMAPSEEC), Brno, Czech Republic, 2-5 September, 2008*. Mendel University of Agriculture and Forestry in

Brno.

- Rodrigues, S. N., Fernandes, I., Martins, I. M., Mata, V. G., Barreiro, F., & Rodrigues, A. E. (2008). Microencapsulation of limonene for textile application. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 47, 4142-4147.
- Rongsen, L. (1990). Seabuckhorn resource and its underexploited potential in the himalayan region. mountain farming system series, 12. ICIMOD, Kathmandu, Nepal.
- Rosyida, A. (2018). Use of tectonagrandis leaf extract in colouring silk cloth material based on pH and mordant variations. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 333,(1), 012051). IOP Publishing.
- Ruran, C., & Li, D. (2005). AFLP fingerprinting analysis of some cultivated varieties of sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides*). *Journal of Genetics*, 84(3), 311-312.
- Ryu, S. J., & Bae, H. (2021). Properties analysis of crosslinked chitosan microcapsules by multiple emulsification method. *Fashion and Textiles*, 8(9), 1-14.
- Ryu, S. J. (2021). *Development of susceptible functional fabric based on the crosslinked chitosan microcapsule by multiple emulsion*. (Unpublished doctoral dissertation) Changwon National University.
- Saggu, S., Divekar, H. M., Gupta, V., Sawhney, R. C., Banerjee, P. K., & Kumar, R. (2007). Adaptogenic and safety evaluation of seabuckthorn (*Hippophae rhamnoides*) leaf extract a dose dependent study. *Food and Chemical Toxicology*, 45, 609-617.
- Samanta, A. K., & Agarwal, P. (2009). Application of natural dyes on textiles. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 34, 384-399.
- Sangeetha, K., Gomathi, R., & Bhuvaneshwari, M. (2015). Dyeing of silk fabric using lemon leaves extract with the effect of different

- mordants. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 4(6), 4692-4697.
- Sannapapamma, K. J., Lokanath, H. M., & Naikwadi, S. (2018). Antimicrobial and aroma finishing of organic cotton knits using vetiver oil microcapsules for health care textiles. *International Journal of Materials and Textile Engineering*, 12(2), 82-91.
- Sarmandakh, B., Lee, A. R., & Yi, E. (2017). Dyeing properties and bio-function of cotton fabrics with *Ecklonia Cava* extract. *Textile Science and Engineering*, 54(5), 386-396.
- Sarmandakh, B., & Yi, E. (2020). Physical properties and skin-health functions of nonwoven cosmetics treated with microcapsules containing Citrus-Flavored Horse Oil. *Textile Science and Engineering*, 57(2), 91-99.
- Sarışık, M., Arıcı, M., Topbaş, Ö., Karavana, S. Y., Öztürk, C., & Ertan, G. (2013). Design of orthopedic support material containing diclofenac sodium microparticles: preparation and characterization of microparticles and application to orthopedic support material. *Textile Research Journal*, 83(10), 1030-1043.
- Sato, H., Taguchi, Y., & Tanaka, M. (2014). Development of preparation method for microencapsulating uycalyptus oil containing fine aqueous droplets by use of interfacial condensation reaction between hydroxy propyl methyl cellulose and tannic acid. *Journal of Cosmetics Dermatological Sciences and Applications*, 4, 219-227.
- Saxena, S., & Raja, A. S. M. (2014). Natural dyes sources, chemistry, application and sustainability issues. In *Roadmap to sustainable textiles and clothing* (pp. 37-80). Springer, Singapore.
- Sayed, U., & Sharma, R. (2019). Binary surfactant system for preparation of nano-emulsion of herbal oil mixtures. *International Journal of Advanced Science and Engineering*, 5(3), 1003-1008.

- Shahid, M., & Mohammad, F. (2013). Perspectives for natural product based agents derived from industrial plants in textile applications—a review. *Journal of Cleaner Production*, *57*, 2-18.
- Shahid, M., Zhou, Y., Tang, R. C., Chen, G., & Wani, W. A. (2017). Colourful and antioxidant silk with chlorogenic acid process development and optimization by central composite design. *Dyes and Pigments*, *138*, 30-38.
- Sharkawy, A., Fernandes, I. P., Barreiro, M. F., Rodrigues, A. E., & Shoeib, T. (2017). Aroma loaded microcapsules with antibacterial activity for eco-friendly textile application synthesis, characterization, release, and green grafting. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, *56*, 5516-5526.
- Sheikh, J., & Bramhecha, I. (2018). Multifunctional modification of linen fabric using chitosan-based formulations. *International Journal of Biological Macromolecules*, *118*, 896-902.
- Shin, C. M., & Choi, Y. J. (2018). Effect of green tea extract on lipid oxidation of water horse oil emulsion. *Journal of the Korea Academia Industrial*, *19*(7), 407-414.
- Shin, J. A., & Lee, K. T. (2003). The identification of blended sesame oils by electronic nose. *Korean Journal of Food Science and Technology*, *35*(4), 648-652.
- Shin, Y., Son, K., & Yoo, D. I. (2017). Evaluation of aroma functionality imparted on natural indigo-dyed cotton fabrics. *Fibers and Polymers*, *18*(6), 1146-1153.
- Shin, Y., Yoo, D. I., & Son, K. (2005). Development of thermoregulating textile materials with microencapsulated phase change materials (PCM). IV. Performance properties and hand of fabrics treated with PCM microcapsules. *Journal of Applied Polymer Science*, *97*(3), 910-915.



- Shin, Y., Yoo, D. I., & Son, K. (2005). Development of thermoregulating textile materials with microencapsulated phase change materials (PCM). II. Preparation and application of PCM microcapsules. *Journal of Applied Polymer Science*, 96(6), 2005-2010.
- Sinem, S. H. (2015). Dyeing the silk fabric with some colour plants and comparing the light fastness and breaking resistance of the acquired colours. *Journal of Plant Sciences*, 3(4), 171-175.
- Singh, A. K., Attrey, D. P., Deep, P., Dubey, S., Naved, T., & Roy, B. (2014). Acute subacute toxicity studies of pharmacologically active seabuckthorn leaf extract. *International Journal of Pharmacy and Parmaceutical Sciences*, 6(6), 415-419.
- Singh, R., & Srivastava, S. (2017). A critical review on extraction of natural dyes from leaves. *International Journal of Home Science*, 3(2), 100-103.
- Singh, R., Jain, A., Panwar, S., Gupta, D., & Khare, S. K. (2005). Antimicrobial activity of some natural dyes. *Dyes and Pigments*, 66, 99-102.
- Small, E., Catling, P. M., & Li, T. S. C. (2011). Blossoming treasures of biodiversity 5 Sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides*) an ancient crop with modern virtues. *Biodiversity Tropical Conservancy*, 3(2), 25-27.
- Socaci, S. A., Socaciu, C., Tofana, M., Rați, I. V., & Pinteia, A. (2013). In tube extraction and GC-MS analysis of volatile components from wild and cultivated sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L. ssp. *carpatica*) berry varieties and juice. *Phytochemical Analysis*, 24, 319-328.
- Son, K., Yoo, D. I., & Shin, Y. (2014). Fixation of vitamin E microcapsules on dyed cotton fabrics. *Chemical Engineering Journal*, 239, 284-289.

- Specos, M. M., García, J. J., Tornesello, J., Marino, P., Vecchia, M. D., Tesoriero, M. D., & Hermida, L. G. (2010). Microencapsulated citronella oil for mosquito repellent finishing of cotton textiles. *Transactions of the Royal Society of Tropical Medicine and Hygiene*, *104*(10), 653-658.
- Sriumaoum, V., Suesat, J., & Suwanruji, P. (2012). Dyeing and spectroscopic properties of natural dyes on poly (Lactic Acid) and poly (Ethylene Terephthalate) fabrics. *International Journal of Bioscience, Biochemistry and Bioinformatics*, *2*(3), 155-158.
- Srivastava, R. S. D. S. (2017). Application of natural dye obtained from peel of black cardamom on silk fabric. *International Journal of Home Science*, *3*(2), 94-96.
- Stan, M. S., Chirila, L., Popescu, A., Radulescu, D. M., Radulescu, D. E., & Dinischiotu, A. (2019). Essential oil microcapsules immobilized on textiles and certain induced effects. *Materials*, *12*(12), 2029.
- Su, J., Wang, L., & Ren, L. (2006). Fabrication and thermal properties of microPCMs: used melamine-formaldehyde resin as shell material. *Journal of Applied Polymer Science*, *101*(3), 1522-1528.
- Suganya, V., & Anuradha, V. (2017). Microencapsulation and nanoencapsulation: a review. *International Journal of Pharmacology and Clinical Research*, *9*(3), 233-239.
- Sun, K., Chen, X. L., Ma, R. J., Li, C., Wang, Q., & Ge, S. (2002). Molecular phylogenetics of Hippophae L. (Elaeagnaceae) based on the internal transcribed spacer (ITS) sequences of nrDNA. *Plant Systematics and Evolution*, *235*(1), 121-134.
- Suryakumer, G., & Gupta, A. (2011). Medicinal and therapeutic potential of seabuckthorn (Hippophae rhamnoides L.). *Journal of Ethnopharmacology*, *138*, 268-278.
- Swenson, U., & Bartish, I. V. (2002). Taxonomic synopsis of Hippophae

- (Elaeagnaceae). *Nordic Journal of Botany*, 22(3), 369-374.
- Tayade, P. B. & Adivarekar, R. V. (2013). Dyeing of silk fabric with cuminum cyminum L as a source of natural dye. *International Journal of ChemTech Research*, 5(2), 699-706.
- Teklemedhin, T. B., & Gopalakrishnan, L. H. (2018). Environmental friendly dyeing of silk fabric with natural dye extracted from cassia singueana. *Plant. Journal of Textile Science & Engineering*. 3(2), 1-7.
- Ting, H. C., Hsu, Y. W., Tsai, C. F., Lu, F. J., Chou, M. C., & Chen, W. K. (2011). The in vitro and in vivo antioxidant properties of seabuckthorn (Hippophae rhamnoides L.) seed oil. *Food Chemistry*, 125, 652-659.
- Trotman, E. R. (1975). *Dyeing and chemical technology of textile fibres*. London: Charles Griffin and Company Ltd.
- Tsevelmaa, Kh. (2017). Clustering process: Seabuckthorn cluster example of initiative. *Proceedings of the Mongolian Academy of Sciences*, 57(01), 5-17.
- Tsybikova, D. T., Rasputina, D. B., Zalykeeva, D. N., Darzhapova, G. Z., & Kundanova, L. L. (1983). A study of leaves and the oil cake of seabuckthorn: biology, chemistry and pharmacology of seabuckthorn.
- Udakhe, J., Shrivastava, N., Honade, S., Banait, D., & Sonawane, N. (2014). Absolute and relative activity of microencapsulated natural essential oils against the larvae of carpet beetle anthrenus flavipies (LeConte). *Journal of Textiles*, 36(19), 1-11.
- Vadwala, Y., & Kola, N. (2017). Dyeing of nylon fabric with natural dye extracted from waste leaves of terminalia catappa locally known as tropical almond tree. *International Journal of Home Science*, 3(2), 175-181.
- Vastrad, J. V., & Byadgi, S. A. (2018). Eco-friendly antimicrobial finishing of cotton fabric using plant extracts. *International Journal of*

- Current Microbiology and Applied Sciences*, 7(2), 284-292.
- Vuthiganond, N., Nakpathom, M., & Mongkholrattanasit, R. (2020). Azoic deep dyeing of silk and UV protection using plant polyphenols and diazonium coupling. *Fibers and Polymers*, 21(5), 1052-1060.
- Wijesirigunawardana, P. B., & Perera, B. G. K. (2018). Development of a cotton smart textile with medicinal properties using lime oil microcapsules. *Acta Chimica Slovenica*, 65(1), 150-159.
- Wiśniewska, P., Śliwińska, M., Namieśnik, J., Wardencki, W., & Dymerski, T. (2016). The verification of the usefulness of electronic nose based on ultra-fast gas chromatography and four different chemometric methods for rapid analysis of spirit beverages. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, 63(436), 1-12.
- Yang, B., & Kallio, H. P. (2002). Composition and physiological effects of seabuckthorn (*Hippophaë*) lipids. *Trends in Food Science and Technology*, 13(5), 160-167.
- Yang, Z., Peng, Z., Li, J., Li, S., Kong, L., Li, P., & Wang, Q. (2014). Development and evaluation of novel flavour microcapsules containing vanilla oil using complex coacervation approach. *Food Chemistry*, 145, 272-277.
- Yang, Z., Zeng, Z., Xiao, Z., & Ji, H. (2014). Preparation and controllable release of chitosan/vanillin microcapsules and their application to cotton fabric. *Flavour and Fragrance Journal*, 29(2), 114-120.
- Yasukawa, A., Chida, A., Kato, Y., & Kasai, M. (2017). Dyeing silk and cotton fabrics using natural blackcurrants. *Textile Research Journal*, 87(19), 2379-2387.
- Yea, S. J., & Song, W. S. (2011). Physical properties of various structured knitted fabrics. *Fashion & Textile Research Journal*, 13(6), 990-995.
- Yi, E., & Yoo, E. S. (2010). A novel bioactive fabric dyed with unripe *Citrus grandis* Osbeck extract part 1: dyeing properties and

- antimicrobial activity on cotton knit fabrics. *Textile Research Journal*, 80(20), 2117-2123.
- Yoo, D., & Shin, Y. (2020). Application of persimmon (*Diospyros kaki* L.) peel extract in indigo dyeing as an eco-friendly alternative reductant. *Fashion and Textiles*, 7(28), 1-9.
- Yoon, S. R., Ryu, J. A., Jang, K. S., Chung, N., & Ryi, J. G. (2020). Effect of the use of Meju added with roasted rice on the quality of Ganjang. *The Korean Society of Food Preservation*, 27(7), 888-896.
- Yoo, W., & Ahn, C. (2019). Dyeing behavior of silk dyed with indigo leaf powder using reduction and nonreduction dyeing and its relationship with the amount of indigotin and indirubin adsorbed in silk. *Journal of the Korean Society of Clothing and Textiles*, 43(5), 753-767.
- Youn, A. R., Noh, B. S., Kim, B. S., Kwon, K. H., Kim, J. H., Kim, S. H., & Cha, H. S. (2011). Analysis of aroma patterns in muskmelon at different storage temperatures using a mass spectrometry-based electronic nose. *Korean Journal of Food Science and Technology*, 43(4), 419-425.
- Yusuf, M., Ahmadb, A., Shahid, M., Khan, M. I., Khan, S. A., Manzoor, N., & Mohammad, F. (2012). Assessment of colorimetric, antibacterial and antifungal properties of woollen yarn dyed with the extract of the leaves of henna (*Lawsonia inermis*). *Journal of Cleaner Production*, 27, 42-50.
- Zielińska, A., & Nowak, I. (2017). Abundance of active ingredients in sea buckthorn oil. *Lipids in Health and Disease*, 16(95), 1-11.

## 감사의 글

대학원 생활을 시작할 때가 엇그제 같은데 벌써 이렇게 논문을 마무리하게 되어 감회가 새롭습니다. 논문을 쓰면서 나에 대한 많은 부족함을 알게되어 앞으로 더 많은 공부가 필요하다고 생각합니다. 저의 논문을 오랜 기간 꼼꼼히 보시며 피드백을 해주시고 저에게 세심하게 가르쳐주셨던 지도교수 이은주 교수님께 진심으로 깊은 감사와 존경의 마음 전합니다. 코로나 시대에 불구하고 논문심사를 허락해 주시고 제 논문에 발전적인 조언을 해주신 권숙희 교수님과 바쁘신 와중에도 멀리에서도 저의 논문을 심사해 주시고 많은 관심으로 지도해주셨던 최종명 교수님, 바쁘신데도 제 논문의 부족한 부분을 깊은 관심을 아끼지 않으셨던 한충훈 박사님, 새로운 연구분석 조언과 충고를 시간 내주시고 지도해주셨던 오산수민 박사님께도 감사의 마음을 드립니다.

그리고 긴 대학원 과정의 끝에서 논문을 마무리하기까지 많은 관심을 가져주시고 지켜봐주신 의류학과 교수님들께도 깊은 감사의 마음을 전합니다. 그리고 제가 논문을 쓰는 동안 응원과 지원을 아끼지 않았던 남편에게 감사하고 사랑의 말을 전합니다.

마지막으로 사랑하는 나의 가족에게 감사드립니다. 가족은 저에게 언제나 큰힘이자 버팀목이었습니다. 그리고 Хайрт хань Даваасүрэн охин Алтансувд болон хайрт аав ээж ах эгч дүү нар болон, хадам аав ээж ах дүү нартаа ямагт миний хажууд байж туслаж дэмжиж байдагт дандаа баярлаж явдаг шүү гэхийн ялдамд та нарийнхаа тус дэмээр охин чинь сургуулиа амжилтай төгсөж байгаадаа сэтгэл маш сайхан байна. Мөн ойр дотноны ах дүү нартаа баярласан талархсанаа илэрхийлэе!

2022년 1월 사르만다히 드림.

/Сармандах./