

## Cyclomethicone/Silicone surfactant/Water Emulsion System의 Viscoelasticity

최민형, 강현섭, 장운호  
인하대학교 화학공학과

### Viscoelasticity of the emulsion system for a cyclomethicone/silicone surfactant/water system

Min-Hyung Choi, Hyun-Seop Kang, Yoon-Ho Chang  
School of Chemical Engineering, Inha University

#### 1. 서론

실리콘 오일은 내열성, 내약품성, 전기 절연성, 이형성 등이 우수한 물리, 화학적 특성 때문에 여러 산업 분야에서 유용하게 사용되고 있다. 특히 전연성, 발수성, 소포성과 부드러운 감촉을 가지고 있어 화장품분야에 넓게 사용되고 있다. 그러나 실리콘오일은 낮은 표면장력을 가지고 있어 유화과정에서 안정성을 저하시킬 수 있다. 그래서 이를 개선하는 방법을 찾고자 Cyclomethicone과 Water의 표면장력과 계면장력을 측정하고, 비이온 실리콘계 계면활성제를 사용하여 여러 물리적 특성값들이 어떻게 변화하는지를 알아보았다. Cyclomethicone-water-surfactant계에서의 Emulsion을 만들고 안전성을 분석하기 위하여 현미경을 이용하여 입자분포와 Morphology 그리고 Rheometer를 이용하여 각각의 조성에 따른 Emulsion의 유변학적 특성들을 살펴 보았다.

#### 2. 실험

##### 2-1. Sample preparation

Decamethylcyclopentasiloxane[Cyclomethicone, KF995, Shinetusu]과 비이온 실리콘계 계면 활성제(Cetyl PEG/PPG 10/1 Demethicone[Cetyl Demethicone Copolyol, ABIL EM90, Goldschmidt])를 상온에서 교반하여 Oil Solution을 제조 하였다. 그리고 Homomixer[T.K. Homomixer MARK II]를 이용하여 2000rpm으로 교반하면서 이온교환수지를 통과한 H<sub>2</sub>O를 Oil solution에 1Micro tube pump[WHEATON MP-3]을 사용하여 5.2 ml/min 속도로 50분간 주입한 후, 10분더 2000rpm으로 교반하여 Stock Emulsion(water vol 80%)을 제조하였다. 제조된 Stock emulsion을 분취하여 Homomixer(rpm 1000)를 사용하여 vol 70% vol 60%으로 dilution을 하였다[1]. 사용된 Decamethylcyclopentasiloxane 와 계면활성제의 Critical Micelle Concentration(CMC) 그리고 Physical properties을 Table 1.과 Fig 1.에 나타내었다. 본 실험에서는 분산상인 Water의 부피변화와 계면활성제의 농도에 따른 입자 분포 및 유변학적 특성치 들의 변화를 알아보았다.

##### 2-2. Measurement

제조된 emulsion의 Morphology와 입자 분포를 측정하기 위해 현미경 (OLYMPUS, Japan), Digital camera (Polaroid, USA)를 사용하였다. 평균입자는 Emulsion의 연속상과 같은농도의 용액을 사용하여 dilution 하여 SimplePCIp를 사용하여 측정 하였다[2]. 유변학적

특성 조사는 STESS TECH Rheometer (Reologica Instrument AB CO. Sweden)을 사용하였으며, Cone diameter가 40mm이고 Cone angle이 4°인 Cone-and-Plate geometry와 Diameter가 25mm인 Bob and Cup geometry를 사용하였으며, 이때 Thermostatic bath를 사용하여 25°C를 유지 하여 측정하였다. 각각의 Sample들은 계면활성제의 농도변화, 분산상의 부피변화에 따라서 viscosity, oscillation stress sweep(0.1 Hz)에 의한 linear viscoelasticity 영역판단, 그리고 viscoelasticity를 측정하기 위하여 Dynamic(oscillation) Test, Creep Recovery등을 수행 하였다.

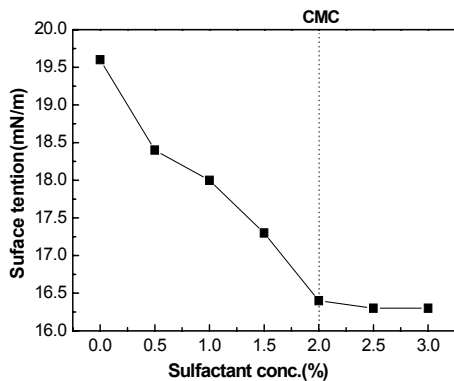


Fig.1. The CMC of cyclomethicone/ silicone surfactant system

surface tension (mN/m)	specific gravity	viscosity (cSt)
17.8	0.956	4.0

Table 1. The physical properties of cyclomethicone

### 3. 결과

#### 3-1. Microscope observation

제조된 각각의 Sample을 현미경으로 확인한 결과를 Fig 2. 와 Fig 3에 나타내었다. 계면활성제의 농도가 증가할수록 입자 Size는 작아지는 것을 볼 수 있었다.

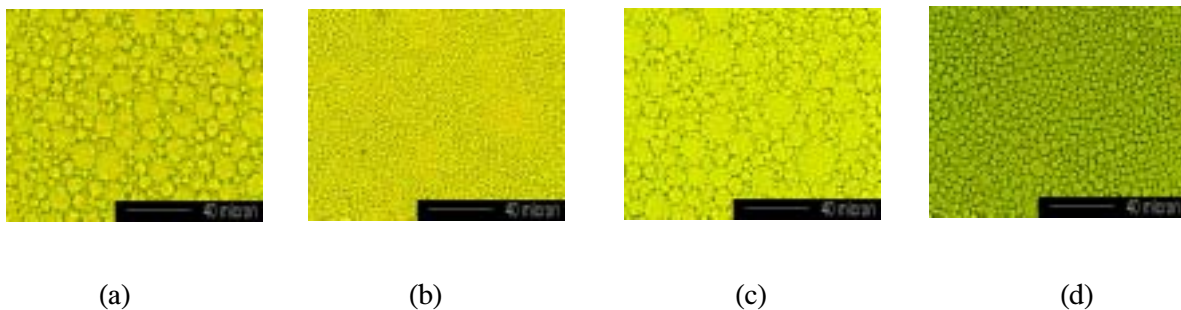


Fig 2. Optical microphotographs of water in oil emulsion (a)Water80% surf.0.5%, (b)water80% surf.2.5%, (c)water70% surf.0.5%, (d)water70% surf.2.5%.

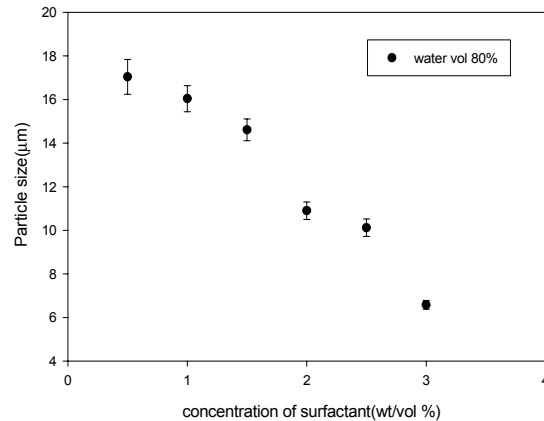


Fig 3. Variation of Particle size with surfactant concentrations (wt/vol%)

### 3-2. Rheological Analysis

Fig 4.에서 계면활성제의 농도가 증가함에 따라 Viscosity가 증가함을 보였다. 분산상이 vol 80%인 경우 Emulsion은 Non-Newtonian 거동을 보이며, 계면활성제 농도에 따라 0.5 wt %보다 1.0 ~ 3.0 wt %에서 강한 Shear thinning 현상을 Shear Stress 5-10 Pa에서 볼 수 있었다.[3] 그리고 Fig 5. 에서는 같은 계면활성제의 농도에서 분산상의 vol% 변화에 따라 viscosity를 표현하였다. 분산상의 부피가 증가할수록 Non-Newtonian 거동을 보이며, viscosity가 증가함을 알 수 있었다. 분산상의 함량이 70%인 경우 계면활성제의 농도가 0.5% ~ 1.5%와 같이 비교적 낮았을 때 complex modulus는 Frequency(Hz)가 증가하면서 일정한 기울기를 가지고 증가하는 경향을 나타내나 2.0 wt % ~ 3.0 wt%에서는 frequency에 대한 영향이 상대적으로 적게 나타남을 Fig. 6.에서 볼 수 있다.[4]

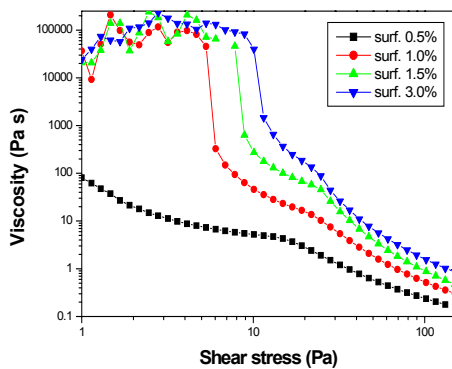


Fig 4. Viscosity as a function of shear stress for 80% water content emulsions

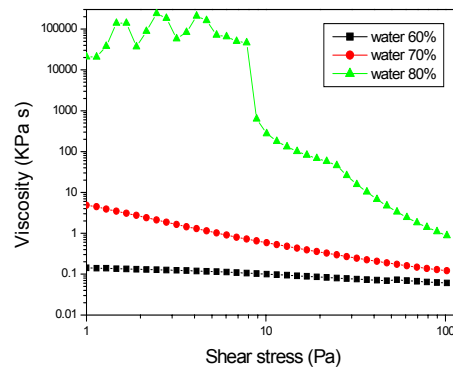


Fig 5. Viscosity as a function of shear stress for different water contents emulsions

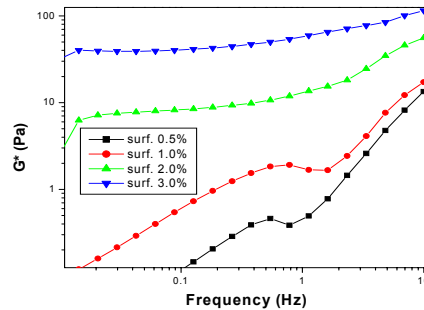


Fig 6.  $G^*$  as a function of frequency for 70% water content emulsions

Fig. 7. 과 Fig 8.에 의하면 shear stress는 낮은 영역( 3 ~5 Pa) 그리고 분산상의 Vol fraction이 높은 영역( 80 %)에서 Emulsion의 viscoelasticity를 확인할 수 있다.[5]

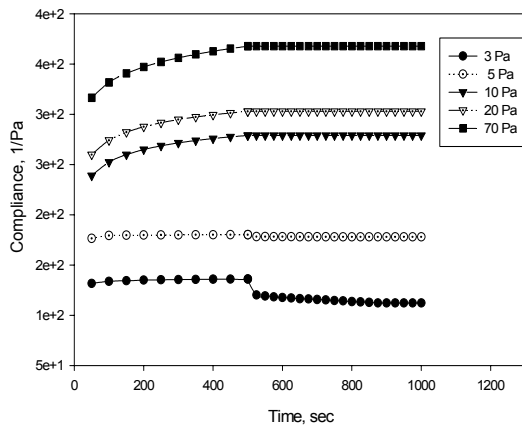


Fig 7. The effect of shear stress on the creep/recovery behavior of highly concentrated emulsion (surf. 1.5 wt/vol%, water 80vol%)

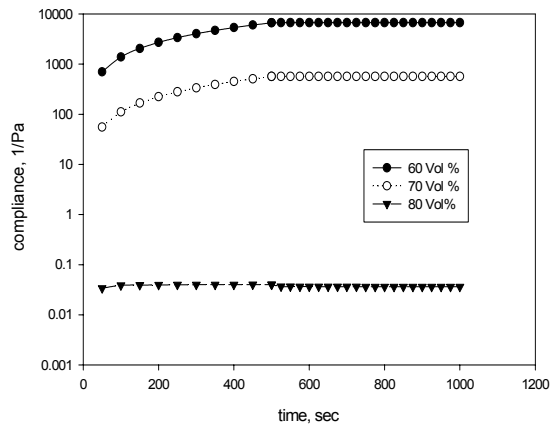


Fig 8. The effect of volum fraction on creep/recovery behavior of emulsion (surf. 1.5 wt/vol %, stress 5 Pa)

**참고문헌**

1. Yasufuni Otsubo, Robert K. Prud'Homme., J. Soc Rheol Japan, **20**, 125(1992)
2. Yasufuni Otsubo, Robert K. Prud'Homme., Rheologica Acta, **33**, 29(1994)
3. Rajinder Pal., J. Colloid Interface sci., **225**. 359(2000)
4. Rajinder Pal., J. Colloid Interface sci., **232**. 50(2000)
5. Peterr Holmqvist, Christophe Daniel, Ian W. Hamley, Withawat Mingvanish, Ccolin Booth., colloidd Sufaces A., **196**, 39(2002)