

# 자외선 경화형 인계 방염제의 합성과 물성

## Synthesis and Properties of UV Curable Phosphate-containing Flame Retardant Monomer

정용균, 최경준, 장진호

금오공과대학교 신소재시스템공학부 섬유패션공학과

### 1. 서 론

섬유제품은 대부분이 고온이나 불꽃에 의해 연소되기 쉽고, 연소 시 유독성 기체가 발생하여 호흡 곤란, 구토, 경련 등의 신체적 장애를 유발하며 불꽃이 전파되면 인체에 화상을 입히거나 심한 경우 생명에 지장을 줄 수 있다. 이런 이유로 미국이나 유럽, 일본 등의 선진국에서는 섬유제품에 대한 방염규제를 법령으로 강화함은 물론, 소비자들의 인식도 단지 방염성만이 아닌 인체 유해성 및 내구성과 같은 안정성에 대한 고려가 증가되면서, 근래에는 저독성과 고성능을 만족하는 인계 방염제에 대한 개발이 활발히 이루어지고 있다. 본 연구에서는 인계 방염제 내에 아크릴레이트기의 수를 조절하여 이에 따른 경화효율과 열적거동을 확인하고 섬유제품에 자외선경화를 이용한 새로운 방염가공을 도입하려는 목적을 가지고 있다.

### 2. 실 험

#### 2.1 TMEP (Tri(methacryloyloxy)ethyl phosphate)의 합성

합성에 사용된 시약은 Phosphorus oxychloride( $\text{POCl}_3$ )와 2-Hydroxyethyl Methacrylate (HEMA), Triethylamine(TEA), Diethyl ether를 사용하였다. HEMA 54.92g과 TEA 42.76g을 200ml Diethyl ether에 녹이고 둥근 플라스크에 용액을 넣은 후,  $\text{POCl}_3$  21.6g을 50ml Diethyl ether에 녹인 용액을 dropping funnel을 통해 첨가하여 실온에서 하루 동안 반응을 진행하였다. 반응 후 생성된 염을 제거한 후, 1M HCl, 10%  $\text{NaHCO}_3$ 와 NaCl 포화용액으로 정제하고, 진공건조기로 용매를 제거하여 TMEP를 얻었다. 그리고 DMEP(Bis[2-(methacryloyloxy)ethyl] phosphate), MAEP(2-(methacryloyloxy)ethyl phosphate)의 경우 HEMA와  $\text{POCl}_3$ 에 대해 각각 2, 1 몰비로 처리하고 동일한 조건으로 합성과 정제하여 합성물을 얻었다.

### 3. 결 론

Fig. 1.은 TMEP의 자외선 경화 전후의 FT-IR 스펙트럼으로 자외선 조사 전 TMEP의 경우,  $1033\text{cm}^{-1}$

와  $989\text{cm}^{-1}$ 에서 P-O-C,  $1250\text{cm}^{-1}$ 에서 P=O, 1060, 1170, 1716,  $1640\text{cm}^{-1}$ 에서 각각 O-C-C, C-C-O, C=O, C=C의 신축진동 피크를 확인하였고, 자외선 조사 후  $1640\text{cm}^{-1}$ 에서의 C=C 신축진동 피크가 사라진 것과 C=O 신축진동 피크가 경화전의  $1716\text{cm}^{-1}$ 에서  $1722\text{cm}^{-1}$ 로 이동하는 것으로 보아 경화가 이루어진 것을 알 수 있다. 경화율과 경화효율은 광경화성 메타아크릴레이트기가 많은 TMEP가 더 높은 것을 Fig. 2에서 알 수 있다.

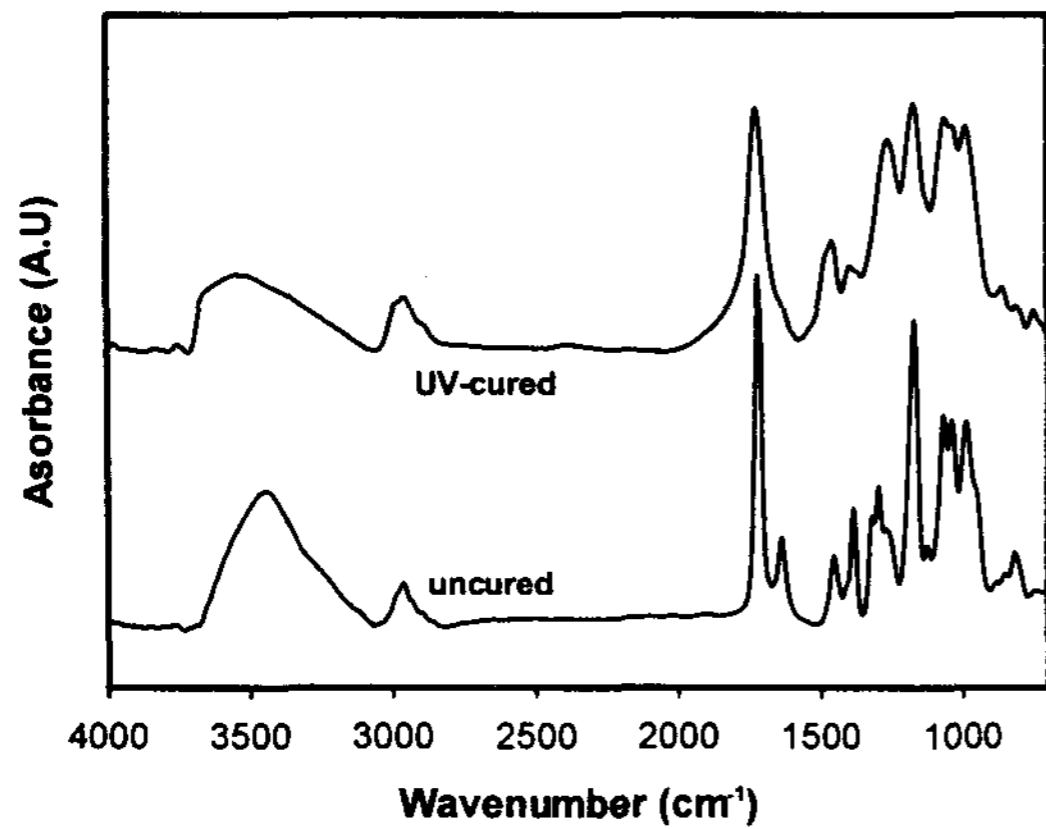


Fig. 1. FT-IR spectra of uncured and UV-cured TMEP.

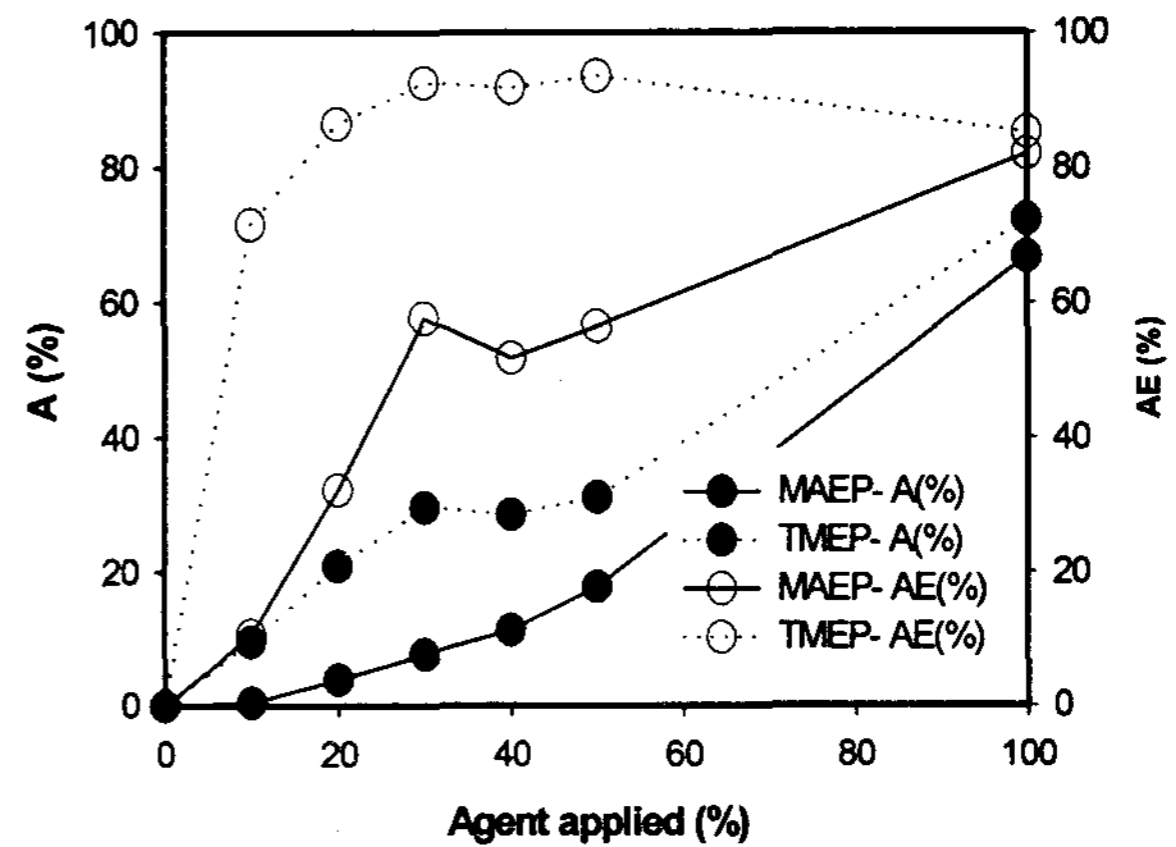


Fig. 2. Add-on and Add-on efficiency of UV-cured cotton fabrics.

Table 1. TGA data of UV-cured cotton fabrics.

Monomer	First thermal decomposition			Second thermal decomposition		
	Range (°C)	DTGA peak (°C)	Mass loss (%)	DTGA peak (°C)	Mass loss (%)	Char yield (%)
Untreated	329~408	391	76.7	-	-	8.9
TMEP	258~317	294	36.4	344	19.5	26.6
DMEP	253~335	289	31.8	335	23.2	29.2
MAEP	245~301	274	28.2	320	22.9	31.1

Table 1은 방염처리를 한 면직물의 TGA 결과로써, 미처리에 비해 방염 처리된 직물에서 열분해 시작온도와 최대 열분해온도가 낮아졌는데, 이는 합성된 인계단량체에 P-O-C가 C-C보다 결합력이 약하여 먼저 열분해 되면서, 비휘발성 인산이 만들어지고 탈수와 가교(에스테르화)로 잔류탄화물이 형성되어지는 것이며, 이차열분해는 잔류탄화물이 피복된 면섬유와 아크릴레이트기의 열분해로 발생한 것으로 보인다. 또한 상대적으로 인의 함량이 높은 MAEP에서 우수한 열적 거동을 보이며 응축상기구를 따르는 것으로 추정된다.

## 감사의 글

본 연구는 산업자원부의 지역혁신 인력양성 사업의 연구결과로 수행되었음.

## 참고문헌

1. H. Cho, C. H. Choi, K. W. Lee, I. S. Cho, C. Kim, and M. W. Huh, J. Korean Soc. Dyers & Finishers, 2(4), 29-34(1990).
2. H. Liang and W. Shi, J. Polym. Degrad. & Stabil., 84, 525-532(2004).