

(2, 3-Dibromopropyl)Phenyl Octadecanoyl Phosphate 합성과 유연난연제로서의 응용

박 홍 수

명지대학교 공과대학 화학공학과
(1992년 8월 6일 접수, 1992년 9월 26일 채택)

Synthesis of (2, 3-Dibromopropyl)Phenyl Octadecanoyl Phosphate and Its Application as Softening Flame Retardant

Hong-Soo Park

Dept. of Chem. Eng., College of Eng., Myong Ji University, Seoul 120-728, Korea
(Received August 6, 1992, Accepted September 26, 1992)

요 약 : 2, 3-Dibromopropyl alcohol과 chlorophenyl phosphate로 부터 (2, 3-dibromopropyl)phenyl phosphate [DPP]를 합성하고, 또한 DPP에 n-octadecyl chloride를 가하여 (2, 3-dibromopropyl)phenyl octadecyl phosphate(DPOP)를 합성하였다. DPP와 DPOP에 각각 유화제를 블렌딩시켜 난연제 DPPF와 DPOPF를 제조하였는데, 모두 o/w(oil in water)유화형 난연제였다. 이 2종류의 난연제를 각종 합성직물에 처리하여 난연성과 인열강도를 측정한 결과 DPPF는 난연성만이, 그리고 DPOPF는 난연성과 유연성 모두 양호하였다.

Abstract: (2, 3-Dibromopropyl) phenyl phosphate[DPP] was synthesized from 2, 3-dibromopropyl alcohol and chlorophenyl phosphate. Also, (2, 3-dibromopropyl)phenyl octadecyl phosphate[DPOP] was synthesized from DPP and n-octadecyl chloride. Flame retardants, DPPF and DPOPF, were prepared by blending DPP and DPOP with emulsifier, respectively. The flame retardants prepared were o/w(oil in water) type emulsion flame retardants. As a result of treatments of the flame retardants on various synthetic textiles, DPPF showed only good flame retardancy, but DPOPF showed both good flame retardancy and good softness.

1. 서 론

가연성 섬유류로 인한 화재가 많이 발생하기 때문에 직물의 가연성 문제는 국제적인 관심사가 되었고 [1] 이에 따라 세계각국에서 위험한 가연성 직물 사용금지법안이 제정되었으며, 현재 대부분 소비자보호법에서 찾아볼 수 있다[2].

거의 대부분의 직물은 300°C 부근에서 분해되어 가연성 기체생성물을 발생시킨다[3]. 따라서 섬유의

난연가공은 현재 사용되고 있는 천연 및 합성섬유의 화학반응이나 흡착 및 부착에 속하는 주로 고분자 공처리를 행하는 것이다.

지금까지 개발된 난연제 중 천연섬유용 난연제[4-8]에 관한 연구는 비교적 많고, 합성섬유용 난연제 중 폴리에스테르용 난연제[9-13]와 아크릴섬유용 난연제[14, 15]는 상당히 개발되었으나 나일론섬유용 난연제[16]는 거의 찾아볼 수 없다. 따라서 합성섬유용 난연제로서 각종직물 또는 혼방직물에 두루 사용

될 수 있는 범용난연제의 개발이 시급한 실정이다.

또한 종래의 난연제들은 난연가공후의 유연성과 내구성 저하, 황변현상[17] 및 염소에 의한 섬유상해[18] 등 여러가지 단점들이 아직까지 해결되지 못하고 있는데 이 중에서 특히 난연처리 후 직물이 뻣뻣해지는 유연성 저하와 난연제 자체의 습윤침투력의 결여에 따른 내구성 저하가 큰 문제점으로서 이를 보완하기 위하여 흔히 난연가공시에 유연제, 습윤침투제 등을 병용처리하고 있다.

따라서 본 연구에서는 유연성과 습윤침투성을 겸비하고 각종 합성섬유에 쓸수 있는 범용난연제 제조에 목적을 두고서, 내열성의 방향족기와 저급알킬기에 비해 가연성은 다소 저하 되지만 고도의 유연성을 보유한 octadecyl기를 도입하고, 유기할로겐 중 난연효과가 가장 큰 브롬[19]과 연소물질 표면에 탄화막을 형성하여 산소의 접근을 저지함으로서 탄소의 기화를 억제시키는 인 화합물을 도입하여 인-브롬의 시너지효과[20, 21]을 줄 수 있는 (2, 3-dibromopropyl) phenyl octadecanoyl phosphate 난연제를 합성하고 각종 합성직물에 대한 난연성을 검토하였다.

2. 실험

2.1. (2, 3-Dibromopropyl)phenyl phosphate의 합성

교반기, 환류냉각기, 적가용 깔때기 및 온도계를 붙인 4구 플라스크에 밀봉 보관된 phenyl chlorophosphate (Kanto) 57.8g(0.3mol)과 벤젠 55ml 넣은 후 플라스크를 얼음중탕에서 0~1°C 유지하도록 해놓고, 별도로 벤젠 200ml와 피리딘 40ml의 혼합용액에 2,3-dibromopropyl alcohol(Wako) 65.4g(0.3mol)을 용해시킨 용액을 적가용 깔때기를 통하여 30분간 적가시켰다. 적가후 온도를 점차적으로 25°C로 올린 다음 같은 온도에서 5시간 계속하여 반응시켰다. 생성된 pyridine hydrochloride를 분리시키고 여과된 벤젠층을 500ml의 물, 600ml의 탄산나트륨 용액 및 500ml의 물의 순서로 계속하여 세척하였다.

벤젠층은 무수황산나트륨으로서 건조시켜 벤젠을 제거하고 잔사물을 120°C/0.03~0.05mmHg에서 처리, 정제하여 투명한 무색액상의 (2, 3-dibromopropyl) phenyl phosphate(DPP)를 얻었다.

수득량 : 91.3g(81.4%)

브롬 함량 : Anal. Calcd : 42.78%, Found : 42.72%

[2.3 참조]

2.2. (2, 3-Dibromopropyl)phenyl octadecyl phosphate의 합성

교반기, 환류냉각기, 질소가스 도입관 및 온도계를 붙인 4구 플라스크에 DPP 74.8g(0.2mol), 톨루엔 100ml 및 n-octadecyl chloride(Aldrich) 60.5g(0.2mol)을 넣고 질소 분위기하 40°C/30mmHg에서 4시간 반응을 시켜 담황색 점상의 (2, 3-dibromopropyl)phenyl octadecyl phosphate(DPOP)를 합성하였다.

정제는 2.1과 같은 방법으로 하였다.

수득량 : 94.3g(73.7%)

브롬 함량 : Anal. Calcd : 25.00%, Found : 24.11%

[2.3 참조]

2.3. 브롬 함량측정 방법

개량 연소 플라스크법[22]으로 DPP내의 브롬 함량을 측정하였다. DPP 시료 6mg을 정확히 취하여 28% 과산화수소수 0.5ml와 물 5ml를 넣고 산소기체를 가득 채운 플라스크내의 백금망에서 태운 후 연소 생성가스를 완전히 과산화수소수에 용해하여 30분간 방치한 후 diphenyl carbazone을 지시약으로 하여 0.05N Hg(NO₃)₂액으로 적정하였다.

$$\text{Br}(\%) = \frac{\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \text{ 소비 ml} \times \text{factor} \times 0.3995}{\text{시료량(mg)}} \times 100$$

2.4. 기기분석

IR 분광분석은 일본 Japan Spectroscopic사의 Infrared Spectrophotometer(JASCO-810형)을 사용하여 시료는 KBr pellet로 하여 분석하였고, NMR분광분석은 용매로서 CDCl₃/TMS를 사용하여 Varian EM-360(60 MHz) NMR Spectrometer로 분석하였다.

2.5. 난연제의 제조

앞에서 합성한 DPP와 DPOP를 각각 물에 유화시켜 유화형 난연제를 제조하였는데, DPP의 배합은 DPP 30g에 유화제 polyoxyethylene sorbitan monooleate(Nippon Oil Co., Nonion OT-221, HLB 15.0) 2g과 polyoxyethylene castor oil(Nikko Chemical Co., Nikkol CO-10, HLB 6.5) 1g을 각각 가하고 물 70ml를, DPOP의 경우는 DPOP 30g에 유화제 polyoxyethylene nonylphenol ether(Nippon Oil Co.,

Nonion NS-230, HLB 17.1) 2g, sorbitan mono oleate(Nippon Oil Co., Nonion OP-80R, HLB 4.3) 1g 및 PEG-400 tall oil ester(Ipposha Oil Co., HP-400, HLB 11.4) 1g을 각각 가하고 물 70ml를 첨가하여 DPP와 DPOP 각각을 55°C에서 1시간 블렌딩시켜 o/w(oil in water)유화형 난연제 DPPF와 DPOPF를 제조하였다.

2.6. 난연가공 시험

2.6.1. 아크릴섬유의 배합 및 처리조건

2.5에서 제조된 DPPF와 DPOPF 10, 20, 30 wt%의 각각의 수용액을 취하고, 시료는 아크릴직물(무게 80 g/m²)을 택하여 30°C의 처리욕에서 1 dip, 1 nip padding하여 2분간 침적시켜 wet pick-up[23]을 80wt%로 조절하였다. 이들 처리시료는 100°C에서 5분간 건조시켜서 물성측정용 시료로 사용하였다.

2.6.2. 폴리아미드계 섬유의 배합 및 처리조건

DPPF와 DPOPF를 nylon taffeta 직물(무게 90g/m²)에 다음과 같이 처리하여 그 성능을 시험하였다.

단독처리시의 난연제 용액의 조성은 2.6.1과 같이 취하였다. 수지병용시의 용액의 조성은 2.6.1과 같이 취하고 수지로서 Sumitex Resin 901(Sumitomo Chemical Co., ethylene-urea계) 10wt%와 촉매인 Sumitex Accelerator ACX(Sumitomo Chemical Co., amine salt계) 0.5 wt%를 각각 택하였다. 처리조건은 2.6.1과 같은 방법으로 하여 wet pick-up이 60wt%가 되도록 하였다. 예비처리 조건은 90°C에서 5분간 하였으며, 열처리는 150°C에서 2분간하여 경화시켰다.

2.6.3. 폴리에스테르섬유의 배합 및 처리조건

난연제를 tetron taffeta 직물(무게 80g/m²)에 다음과 같이 처리하였다. 난연제량은 단독처리시나 수지병용처리시 모두 2.6.1과 같이 취하고 수지병용시는 수지로서 Sumitex Resin M-3(Sumitomo Chemical Co., 멜라민계) 1 wt%와 Sumitex Accelerator ACX 0.2 wt%를 각각 택하였다.

처리조건은 2.6.2와 같은 조건으로 하였다.

2.7. 물성측정용 시료의 측정기기

Padding은 Pneumatic Heavy Padder(Uenoyama Kiko Co., 공기압착형), 건조는 열풍식 순환건조기

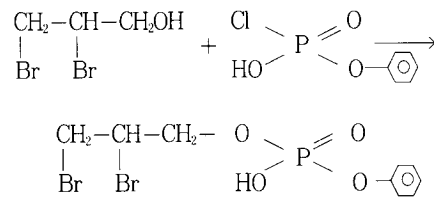
(Lewis Corporation Co.)를 사용하였으며, 열경화는 Flat Bed Press(Toyo Seiki Seisaku-sho Ltd.)에서 하였다.

난연성 시험은 45° Meckel Burner법(JIS Z-2150)과 Coil법(Kenmeyer Kishuzu Co.)을 각각 사용하였으며, 인열강도는 Elemendorf Textile Tearing Tester(Daiei Kagaku Seiki Co.)로서 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. DPP의 합성확인

DPP의 합성은 Scheme 1의 식으로 표시된다.



Scheme 1. Synthesis of DPP.

Fig. 1에 DPP의 IR 스펙트럼을 나타냈는데 1270 cm⁻¹에 P=O의 신축진동[24], 2630cm⁻¹에 P-OH 신축진동[24], 1190 cm⁻¹에 P-O-C(aromatic 신축진동[24] 및 1020 cm⁻¹에 P-O-C(aliphatic) 신축진동

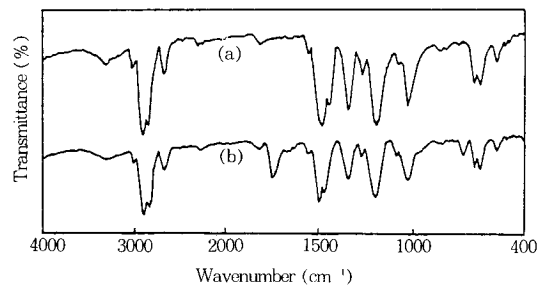


Fig. 1. IR spectra of (a) DPP and (b) DPOP.

[24]등으로 DPP의 구조를 확인할 수 가 있었고, 또한 650 cm⁻¹ 부근에 C-Br의 변각진동 흡수대[25]가 나타나 DPP 구조내 브롬이 함유되었음을 알았다.

Fig. 2에 DPP의 NMR 스펙트럼을 나타냈는데, 화학적 이동과 적분비로부터 δ1.8 ppm 부근에서 CH₂-C-Br(2H)의 흡수피크, δ3.3 ppm에서 CH₂Br

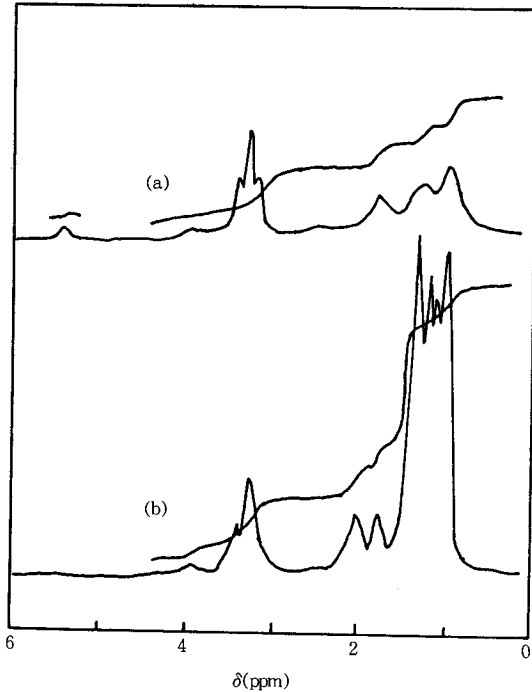


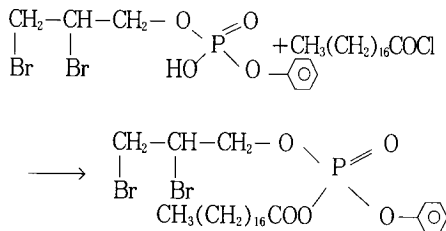
Fig. 2. NMR spectra of (a) DPP and (b) DPOP.

(2H)흡수피크 및 $\delta 5.5$ ppm에서 P-OH의 흡수피크가 나타났다.

따라서 IR, NMR 피크와 앞의 2.3의 브롬 함량 측정 등의 결과를 미루어 2, 3-dibromopropyl alcohol과 phenyl chlorophosphate에 의한 탈염산 반응으로 DPP가 생성되었음을 확인할 수가 있었다.

3. 2. DPOP의 합성확인

DPOP의 합성과정을 Scheme 2에 나타내었다.



Scheme 2. Synthesis of DPOP.

앞의 Fig. 1에 DPOP의 IR 스펙트럼을 표시했는데, DPP의 IR 스펙트럼에서 없는 피크 즉, 지방산

의 에스테르기가 1750 cm^{-1} [26]에, 또한 720 cm^{-1} 에 지방족사슬의 강한흡수대[27]가 새로이 나타났다. 이는 Tuot 등[28]과 Thompson등 [29]이 $-(\text{CH}_2)_n-$ 에서 $n=4$ 혹은 그 이상의 긴사슬의 형은 720 cm^{-1} 에서 강한 흡수대를 형성한다고 한 이론과 잘 일치되었다.

또한 앞의 Fig. 2에 DPOP의 NMR 스펙트럼을 나타냈는데, $\delta 0.9 \sim 1.3$ ppm에서 지방족계의 알킬기에 기인된 다중선피크와 $\delta 2.0$ ppm에서 에스테르기에 기인된 흡수피크가 새로이 나타났다.

따라서 DPOP의 IR, NMR 피크와 앞의 브롬 함량측정 등의 결과에서 DPP에 n-octadecyl기가 에스테르화로 결합되었음을 확인할 수가 있었다.

3. 3. 난연제의 유화안정성

DPP는 종류의 유화제로서도 쉽게 물에 유화되어 난연제 DPPF를 제조할 수 있었으나, DPOP의 경우는 구조내 긴 사슬의 알킬기를 도입했으므로 유화안정성을 얻기가 어려워 3종류의 유화제를 선정하여 유화형 난연제 DPOPF를 제조하였다. DPPF와 DPOPF를 유화시킬때의 유화제의 혼합 HLB 값은 각각 12.17과 12.48이었으며, 유화제 2종류 사용시 다음의 식 [30]에 의하여 그 값을 구하였다.

$$\text{HLB}_o = \frac{(W_a \times \text{HLB}_a) + (W_b \times \text{HLB}_b)}{W_a + W_b}$$

W_a : 유화제 A의 중량%

W_b : 유화제 B의 중량%

HLB_a : 유화제 A의 HLB값

HLB_b : 유화제 B의 HLB값

HLB_o : oil에 필요한 HLB값

또한 난연제의 유화안정성 반복 시험결과 DPPF와 DPOPF의 적정 o/w형 유화안정 범위의 HLB 값은 11~14였다.

3. 4. 아크릴섬유의 난연성

앞에서 제조된 난연제 DPPF와 DPOPF의 난연성 측정결과를 Table 1에 표시하였다.

2종류의 난연제 모두 사용농도 20 wt%와 30 wt%에서는 탄화길이가 5.0 이하이고 잔염과 잔진[31]이 1초 이하로 나타나 난연1급에 해당되어 아크릴직물에 양호한 난연성을 나타내었다.

그러나 농도 10wt%에서는 부적합한 난연효과를

Table 1. Flame Retardancy of Acrylic Fabrics Treated with Synthesized Flame Retardant

| Exp. no. | Concentration (%) | 45° Meckel burner method | | | Coil method |
|-----------|-------------------|--------------------------|----------------------------------|-------------------------------|-----------------|
| | | Char length(cm) | Afterflaming ^{a)} (sec) | Afterglow ^{b)} (sec) | |
| Untreated | — | BEL ^{c)} | — | — | completely burn |
| DPPF | 10 | 18.2 | 22.4 | 1.0 | partially burn |
| | 20 | 4.1 | 0 | 0 | non-burn |
| | 30 | 3.7 | 0 | 0 | non-burn |
| DPOPF | 10 | 20.0 | 24.9 | 2.0 | partially burn |
| | 20 | 4.7 | 0 | 0 | non-burn |
| | 30 | 4.0 | 0 | 0 | non-burn |

a) Burning time of sample with spark was measured from the end time of heating flame.

b) Indicates combusting state without spark from end time of heating; it was determined by observation after 1 min from the end time of heating.

c) Burned entire length.

나타내어 적정 사용량은 난연제 모두 농도 20wt% 선임을 알았다. 또한 난연효과를 비교하면 DPOPF보다 DPPF가 더 좋게 나타났는데, 이는 DPOPF경우 그 구조내 친유성의 긴사슬 지방산 알킬기를 도입함으로써 탄소기가 많아져 난연효과가 저하되는 것으로 생각된다.

Fig. 3은 DPPF와 DPOPF의 농도에 따른 인열강

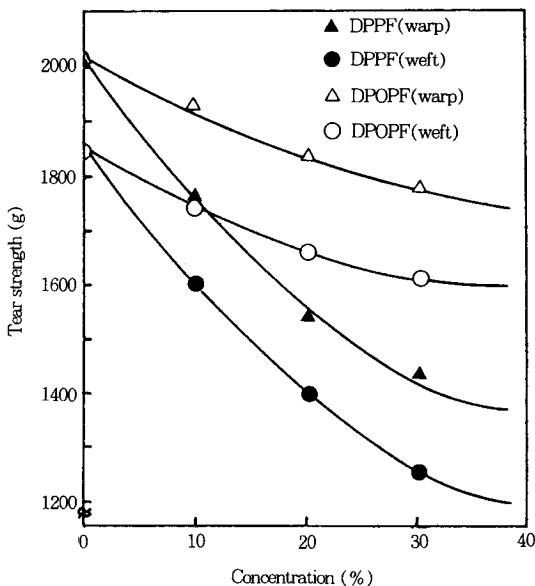


Fig. 3. Relation between the concentration of treating solution and the tear strength of treated acrylic fabrics.

도를 플로트한 결과인데 DPOPF쪽이 양호한 인열강도를 나타내었다. DPPF의 인열강도가 급격히 저하되는 것은 자체 구조내 브롬과 인산염을 지니고 있기 때문이라고 생각되는데, 특히 브롬의 양이 증가하면 난연효과도 증가되나 브롬의 첨가에 따라 유연성, 기계적 성질 및 내열성이 감소된다는 Mok[32]의 이론과 일치된 결과이다. 한편 DPOPF는 지방산 알킬기 중 유연효과가 가장 좋다고 알려진 octadecyl기를 자체내 함유하고 있기 때문에 난연처리를 하여도 유연성의 증가로 인하여 인열강도가 그다지 저하되지 않는다고 생각된다.

종래의 난연제가 흔히 난연효과는 좋으나 유연성의 결여로 난연처리 후 뻣뻣해지는 단점 때문에 공업적 응용이 어려운 점을 미루어 본 실험에서 합성한 DPOPF는 유연성을 겸비한 유화형 난연제임이 입증되었다.

3. 5. 폴리아미드계 섬유에 난연성

Nylon taffeta에 난연제 단독 혹은 수지병용처리된 결과를 Table 2에 나타내었다.

45° Meckel burner 법에서는 Table 1과 같이 DPOPF보다 DPPF쪽이 난연성이 좋았고 수지병용처리 시에는 단독처리시 보다 난연효과가 다소 저하되었으나 대체로 섬유용 가공수지와의 상용성은 좋은편이었다.

Coil법에서는 단독처리시 10wt% 농도에서는 난연제 모두 부분연소되었고, 20wt%에서는 불에 타지 않았으나 수지병용처리시 20wt% 농도에서도 일부연소가 진행되었다.

Table 2. Flame Retardancy of Nylon Taffeta Fabrics Treated with Synthesized Flame Retardant

| Exp. no. | Concentration (%) | 45° Meckel burner method | | | Coil method |
|-----------------------------|-------------------|--------------------------|----------------------------------|-------------------------------|-----------------|
| | | Char length(cm) | Afterflaming ^{a)} (sec) | Afterglow ^{b)} (sec) | |
| B-1 ^{a)} | — | 8.8 | 0 | 0 | completely burn |
| B-2 ^{b)} | — | BEL | — | — | completely burn |
| DPPF ^{c)} | 10 | 3.9 | 0 | 0 | partially burn |
| | 20 | 3.4 | 0 | 0 | non-burn |
| | 30 | 3.3 | 0 | 0 | non-burn |
| DPOPF ^{c)} | 10 | 5.1 | 2 | 0 | partially burn |
| | 20 | 4.3 | 0 | 0 | non-burn |
| | 30 | 4.1 | 0 | 0 | non-burn |
| DPPF + Resin ^{d)} | 10 | 4.8 | 2 | 0 | completely burn |
| | 20 | 4.3 | 0 | 0 | partially burn |
| | 30 | 4.1 | 0 | 0 | non-burn |
| DPOPF + Resin ^{d)} | 10 | 5.5 | 2 | 0 | completely burn |
| | 20 | 4.6 | 1 | 0 | partially burn |
| | 30 | 4.3 | 0 | 0 | non-burn |

a) Original fiber not treated with flame retardant and resin.

b) Fiber treated with resin only.

c) Fiber treated flame retardant only.

d) Fiber treated with flame retardant and resin.

Fig. 4는 단독처리시의 난연제 농도에 따른 인열강도 변화를 플로트한 것인데 대체로 Fig. 3과 같은 결과를 얻었다.

따라서 적성 사용농도는 약 10~20wt%였고,

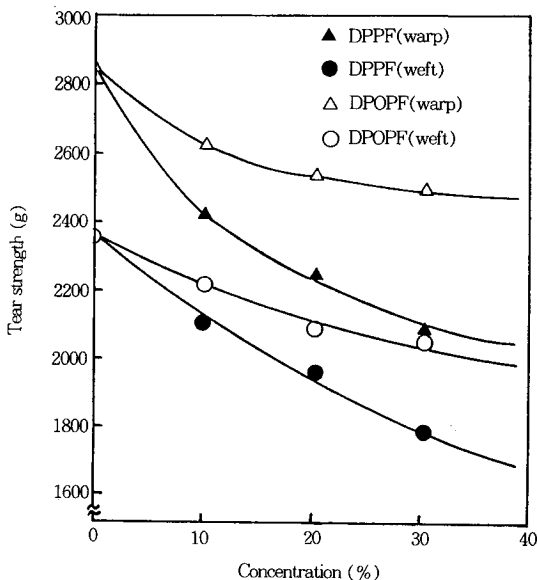


Fig. 4. Relation between the concentration of treating solution and the tear strength of treated nylon taffeta.

DPPF보다 DPOPF쪽이 난연성은 다소 저하되었으나 유연성은 더 우수하였다.

3. 6. 폴리에스테르섬유의 난연성

Table 3은 tetron taffeta에 난연제를 단독 혹은 수지병용처리한 결과인데, 대체로 Table 2와 같은 경향을 나타내었고 단독처리시 적성 사용농도는 10wt%였다.

Fig. 5는 난연처리된 tetron taffeta의 처리농도에 따른 인열강도 변화를 플로트한 것인데 DPOPF의 경우는 Fig. 3~4에서와 같이 완전한 곡선을 이루었으나 DPPF는 거의 직선관계를 나타내었다. 즉 DPPF 난연제는 사용농도 증가에 따라 tetron taffeta의 유연성이 급격히 저하됨을 알 수 있었다.

3. 7. 각종 합성섬유간의 난연성 비교검토

섬유의 종류에 따른 열에 대한 거동을 살펴보면, 면과 레이온 및 양모는 열에 의하여 분해되고, 폴리에스테르나 나일론섬유는 연화용융되며, 아크릴섬유는 연화분해되어 착화된다고 알려져 있다[3].

합성섬유의 연소메카니즘은 대단히 복잡하고 아직 충분히 알려져 있지 않으나, 분해점 이상으로 가열되었을 때는 가연성의 저분자화합물이 생성되고 그것이 공기와 혼합되어 연소하게 된다는 것은 확실하다.

Liggett[33]에 의하면 가열시에 생겨나는 연소성

Table 3. Flame Retardancy of Tetron Taffeta Treated with Synthesized Flame Retardant

| Exp. no. | Concentration (%) | 45° Meckel burner method | | | Coil method |
|---------------|-------------------|--------------------------|--------------------|-----------------|-----------------|
| | | Char length(cm) | Afterflaming (sec) | Afterglow (sec) | |
| B-1 | — | 7.5 | 2 | 0 | completely burn |
| B-2 | — | BEL | — | — | completely burn |
| DPPF | 10 | 3.4 | 0 | 0 | non-burn |
| | 20 | 3.2 | 0 | 0 | non-burn |
| | 30 | 3.0 | 0 | 0 | non-burn |
| DPOPF | 10 | 4.2 | 0 | 0 | non-burn |
| | 20 | 3.5 | 0 | 0 | non-burn |
| | 30 | 3.4 | 0 | 0 | non-burn |
| DPPF + Resin | 10 | 4.6 | 1 | 0 | partially burn |
| | 20 | 4.3 | 0 | 0 | non-burn |
| | 30 | 4.0 | 0 | 0 | non-burn |
| DPOPF + Resin | 10 | 4.9 | 2 | 0 | partially burn |
| | 20 | 4.5 | 1 | 0 | non-burn |
| | 30 | 4.3 | 0 | 0 | non-burn |

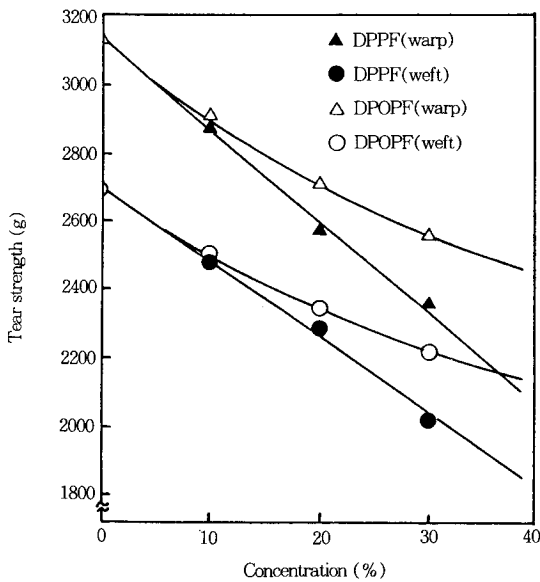


Fig. 5. Relation between the concentration of treating soluting and the tear strength of treated tetron taffeta.

물질은 섬유의 종류에 따라 달라져, 아크릴섬유를 연소시키면 알코올·탄화수소·케톤·시아나화수소산·ladder polymer가, 나일론섬유는 CO·CO₂·물·에탄올·C₁~C₆의 탄화수소·cyclopentanone이, 폴리

에스테르섬유는 CO·CO₂·H₂·디에틸에테르 및 아세트알데히드가 각각 생성된다고 밝혔다.

특히 나일론이나 폴리에스테르섬유와 달리 아크릴섬유는 가열하면 가열된 부분에 질소의 가교상 화합물이라고 생각되는 ladder polymer가 생성됨으로써 불꽃의 심지역할을 하게 되어 휘발성물질이 생기기 쉬워져서 연소를 쉽게한다고 알려져 있다[33].

본 연구에서의 3종류의 합성섬유에 대한 난연성 시험결과 적정 사용농도는 아크릴직물 20wt%, nylon taffeta 10~20wt% 및 tetron taffeta 10wt% 선으로서 3종류의 직물 중 아크릴직물에 대한 난연 효과가 가장 저하되었는데, 이러한 현상은 위에서 밝힌 아크릴섬유가 타섬유에 비해 연소가 빠른 특성 때문인 것으로 생각된다.

그러나 본 실험에서 제조된 난연제 DPPF와 DPOPF는 3종류의 합성직물에 모두 난연1급을 나타내어 합성섬유용 범용난연제로서 사용가능하며, 특히 DPOPF는 유연성을 겸비한 난연제임이 입증되었다.

4. 결 론

(2,3-Dibromopropyl)phenyl phosphate(DPP)와 (2,3-dibromopropyl)phenyl octadecyl phosphate [DPOP] 합성을 거쳐 난연제 DPPF와 DPOPF를 제조한 후, 각종 합성직물에 난연처리하여 난연성을 측

정해본 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. DPPF와 DPOPF는 유화형 난연제로서 유화제 2~3종류로서 유화시켰으며, 적정 o/w 유화의 범위는 HLB값 11~14이었다.
2. 난연가공시 각종직물에 대한 적정 사용농도는 아크릴직물 20wt%, nylon taffeta 10~20wt% 및 tetron taffeta 10wt% 선 이었다.
3. DPPF와 DPOPF를 비교해 볼때 방염성은 DPPF, 유연성은 DPOPF쪽이 좋았고, DPOPF는 유연성을 겸비한 난연제였다.

참고 문헌

1. Textile Flammability and Consumer Safety, gdi Occasional Publication No. 45, Ruschlikzon-Zurich(1969).
2. E. P. Martin, *Ciba Rev.*, (1969).
3. L. W. Sayers, *Text. Inst. Ind.*, **3**, 168(1965).
4. G. C. Tessoro, *Textilveredlung*, **1**, 208(1966).
5. W. S. Tolgyesi and J. F. Krasny, *Text. Res. J.*, **37**, 298(1967).
6. T. D. Miles and A. C. Delasanta, *Text. Res. J.*, **38**, 273(1968).
7. R. H. Barker, *Cellul. Chem. Its Appl.*, 423(1985).
8. S. W. Ko and W. S. Ha, *J. Korean Fiber Soc.*, **14**, 18(1977).
9. A. Granzow, R. G. Ferrillo, and A. Wilson, *J. Appl. Polym. Sci.*, **21**, 1687(1977).
10. G. Avondo, C. Vovelle, and R. Delbourgo, *Combust. Flame*, **31**, 7(1978).
11. L. Holme and S. R. Patel, *J. S. D. C.*, **96**, 224(1980).
12. E. S. Lee, K. G. Song, and S. W. Ko, *J. Korean Fiber Soc.*, **28**, 60(1991).
13. E. S. Lee, K. G. Song, and S. W. Ko, *J. Korean Fiber Soc.*, **28**, 66(1991).
14. H. W. Coover and J. B. Dickey, U. S. Patent 2, 763,631(1956).
15. G. Palethorpe, U. S. Patent 3,318,978(1967).
16. H. S. Park, Y. G. Kim, and J. S. Bea, *J. Korean Oil Chem. Soc.*, **7**, 31(1990).
17. H. Enders and G. Pusch, *Amer. Dyest. Rept.*, **49**, 25(1960).
18. A. C. Nuessle, *Amer. Dyest. Rept.*, **47**, 465(1958).
19. R. Arie and O. Arie, *J. Appl. Polym Sci.*, **23**, 797(1979).
20. J. J. Willard and R. E. Wondra, *Text. Res. J.*, **40**, 203(1970).
21. B. Miller and C. H. Meisen, *Text. Chem. Colour*, **2**, 35(1970).
22. M. Kinoshita and K. Hozumi, *Jap. Analyst.*, **14**, 352(1965).
23. H. Rath, E. Herbolsheimer, and S. Stapt, *Text. Res. J.*, **30**, 201(1960).
24. L. J. Bellamy, "The Infra-red Spectra of Complex Molecules", 4th ed., 311, Methuen and Co. Ltd., London(1966).
25. *Ibid.*, 331, Methuen and Co. Ltd., London(1966).
26. *Ibid.*, 179, Methuen and Co. Ltd., London(1966).
27. *Ibid.*, 27, Methuen and Co. Ltd., London(1966).
28. Tuot and Lecomte, *C. R. Acad. Sci. Paris*, **216**, 339(1943).
29. Thompson and Torkington, *Proc. Roy. Soc.*, **A184**, 3(1945).
30. I. Nishi, "Surfactant Handbook", 18th ed., 307, Sankyo Tosho Co., Tokyo(1979).
31. J. W. Lyons. "The Chemistry and Uses of Fire Retardants", 1st ed., 169, John Wiley and Sons Inc., New York(1970).
32. Y. I. Mok. *HWAHAK KONGHAK*, **15**, 211(1977).
33. R. W. Liggett, *Bull. South. Res. Inst.*, **21**, 5(1968).