

Diphenyl-2-ethanolamidophosphate의 합성과 폴리에스테르 직물에 대한 방염성에 관한 연구

이광우¹⁾ · 김영만²⁾

- 1) 상주대학교 의상디자인학과
2) 상주대학교 섬유공학과

Studies on the Synthesis of Diphenyl-2-Ethanolamidophosphate (DPEOAP) and Flame Retardancy Effect of DPEOAP on polyester Fabrics

Kwang-woo Lee¹⁾ and Young-Man Kim²⁾

- 1) Dept. of Clothing & Textile Design, Sangju National University, Sangju, Korea
2) Dept. of Textile Engineering, Sangju National University, Sangju, Korea

Abstract : Diphenyl-2-ethanolamidophosphate (DPEOAP) was synthesized to treat polyester fabrics in order to improve its flame retardancy. The flame retardancy and physical properties of DPEOAP-treated polyester fabrics were investigated. The results were as follows: 1) polyester fabrics can be treated with DPEOAP by means of Pad-Dry-Cure method, because DPEOAP was easily soluble in benzene. 2) The most economic conditions of treatment were determined as 10% of DPEOAP coccentration, 140°C of curing temperature, and 2 minutes of curing time. 3) Though the washability of DPEOAP is low in comparison with the other products which are purchasable in a market, it has an excellent flame retardment effect 3 times more than in number of flame contact just with 0.66% add-on. 4) The physical properties of DPEOAP-treated polyester fabrics were little changed as compared with non-treated fabric.

Key words: diphenyl-2-ethanolamidophosphate, polyester fabric, flame retardancy

1. 서 론

섬유는 가연성 섬유이므로 쉽게 불이 붙는 성질이 있으며, 거의 대부분 유기고분자 물질로서 300°C 부근에서 분해되어 가연성 기체 생성물을 발생하고, 또 연소시에는 많은 열과 유독 가스를 발생하여 인명 및 재산에 큰 손실을 끼치게 되므로 가연성을 감소시키려는 방염제에 대한 연구와 개발에 사회적 관심이 높아져 미국 외에 캐나다, 프랑스, 독일, 영국, 일본 및 스위스의 각국에서는 일찍부터 많은 연구활동과 병행해서 법률로서 가연성 직물에 대한 방염규제가 강화되고 있다(조환, 1989).

고분자 물질의 연소는 그 재료의 종류, 형상, 특성, 연소 조건에 따라 달라지나 일반적으로 연소는 산화에 의해서 빛과 열을 내는 현상으로서 연소란 산소, 발열, 빛의 3요소를 가진다(岡部龍平, 1983).

난연기구(高橋 太, 1984)는 연소하는 산소의 공급을 회색하고 고분자 표면으로부터 산소를 차단할 수 있는 불연성 가스를

발생시키는 가스이론, 난연제의 분해에 의해 생성된 radical 또는 분자가 연소물질과 흡열적으로 반응하여 난연제를 흡열적으로 분해시키는 열이론, 난연제가 분해하여 연소에 생성되는 연쇄반응을 방해하는 화학이론, 산소의 확산을 최소로 하여 용융염류의 막이 섬유표면을 피복하여 공기중의 산소공급을 차단시켜 방염효과를 나타내는 피복이론, 잘게 분리한 미립자 또는 연소열을 저하시켜 불의 진행속도를 낮추어 형성된 물질은 반응성이 낮은 radical로 변화하는 물리적 상호작용이론 등이 있다.

Akita(秋田, 1973)는 일반적으로 고분자 재료가 발화하여 불꽃의 연기가 주변에 확산되고 고체 재료의 불꽃의 진전은 복잡한 양상을 나타내며, 물질의 종류, 형상, 연기가 퍼지는 방향, 함수율, 그 외의 조건을 설정하여 고찰되어야 한다고 발표하였다. 열전도도(西澤 仁, 1987)는 재료의 두께에 따라 달라진다. 그러므로 이와 같은 조건에서 측정된 고상과 기상 온도 분포는 다르게 나타나고 있다고 보고되고 있다. 방염제는 고상에서 효과가 있는 인화합물과 기상에서 효과를 발휘하는 할로겐화합물이 연소반응을 억제시킨다고 나타내고 있다. 인계의 난연제는 액상의 것으로부터 고형의 것까지 있지만 일반적으로 고형의 것이 열 안정성이 높다고 보고하고 있지만 병용효과를 겨냥하는 경우가 많다. 따라서 난연제의 분해온도를 잘 조사하여 적

Corresponding author; Kwang-Woo Lee
Tel. +82-582-530-5312, Fax. +82-582-532-6005
E-mail: kwlee@sangju.ac.kr

정한 것을 선택하는 것이 중요하다.⁷⁾

Lewin(1978)와 Kuryla(1975)은 질소화합물은 인산의 열에 의해서 polycondensation 반응을 촉진시켜 polyphosphoric acid의 생성을 가속화하고 섬유에 탈수반응을 촉진하고 생성된 polyphosphoric acid는 끈적끈적한 액상의 코팅막을 만들어서 단열효과, 산소의 차단효과를 가져와 방염효과를 나타낸다고 보고하였다. 연소시에 인화합물은 phosphoric acid, metaphosphoric acid, polymetaphosphoric acid로 열분해되고, polyphosphoric acid는 강한 탈수작용으로, 탄화가 촉진됨과 동시에 poly acid 자체가 불휘발성의 내열 피막을 형성하고, 공기를 차단하여 방염효과를 나타내는 것으로 알려져 있다. 또한 인의 산화 상태가 polyester 섬유의 난연화에 결정적인 영향을 부여하는 것으로 나타나 있다(J.W. Lyons, 1970).

Danaka(岡部龍平, 1983)는 인화합물은 브롬화합물에 비하여 소량의 첨가로 효과가 얻어지고, 내광성, 발연성, 후가공성이라든지 독성에 문제가 적은 것에 대해, 브롬화합물은 내열성, 후가공성, 내광성, 독성에 문제가 있고, 실용성에 불리한 것이라고 나타내고 있다.

J.W. Lyons(1970)는 인이 분해과정에서 화학반응을 char가 생성하기 쉬운 방향으로 유도하여 방염효과를 나타내고, 인산 에스테르 화합물은 내가수분해성과 열안정성이 양호하여 각종 섬유류에 양호한 방염제로 사용되고, 또한 Yamada Mamoru(山田 衛, 1991)와 Hitosi(西澤 仁, 1987)는 인화합물이 polyester 섬유의 분해를 촉진하여 분해물의 용융낙하를 가속화시킴으로써 화원으로부터 멀어지게 하는 dropping 효과가 방염성을 나타낸다고 보고 되어 있다. 인화합물은 주로 화재의 초기단계인 분해단계에서 방염효과를 나타내기 때문에 화재발생시 초기에 소화시키는 작용이 있음을 알 수 있다.

국내에서 폴리에스테르 섬유의 난연화는 주로 커튼류를 대상으로 검사하였으나 최근 산업화의 현저한 진보에 의하여 자동차 내장품, 수송관계의 내장품, 인테리어류 등에 많이 사용하고 있으며 방염화를 하기 위하여 방염약제의 사용량이 증

가되고 있다.

최근 합성 섬유의 수요량과 이용도가 증대됨에 따라 이에 대한 방염처리의 필요성을 인식하게 되었다. 특히 polyester 섬유는 다른 섬유에 비해 강도가 크고 특히 건습시의 강도변화가 없는 것이 특징이며 내마모성이 좋고 합성섬유중 내열성이 가장 우수한 편이며 내산성, 형태안정성, 전기절연성, 내약품성, 탄력이 좋고, 보온성과 촉감도 좋아 가격이 저렴하고 취급이 간편하여, 섬유 시장에서 차지하는 비율이 높아지고 있다. 즉 폴리에스테르 섬유의 활용도가 높아짐으로 인해 그에 따르는 방염제 개발에도 크게 관심을 기울이고 있는 실정이다(Shigeko Nakanishi, 1991: 長竹孝夫, 1983).

따라서 이 연구에서는 폴리에스테르 섬유 본래의 특성을 손상시키지 않으며 방염효과가 우수할 것이라 기대되는 합질소인산 에스테르계 방염약제인 diphenyl-2-ethanolamido phosphate (DPEOAP)를 간단하고 경제적인 방법으로 합성하고, 폴리에스테르 직물에 처리하여 방염성과 물성에 대하여 연구 검토하였다.

2. 실험

2.1. 시료

한국의류시험검사소 표준기준물 필라멘트사(75/40)를 사용하여 평직으로 제직한 폴리에스테르 직물(경사율수 : 105 올/inch, 위사율수 : 95 올/inch, 중량 70 g/m²)을 100°C에서 1 시간 건조한 후 데시게이터 에서 48 시간 방치하여 함량이 되게 조정 한 후 시료로 사용하였다.

2.2. 시약

Phenol과 phosphorous oxychloride는 Daejung Chemicals & Metals CO., LTD 1급 시약을 상법에 따라 증류해서 사용하였고, ethanolamine 은 Yakuri Pure Chemicals CO., Ltd (JAPAN)을 사용하고, ethylalcohol 은 James Burrough Ltd. (UK) 시약을 사용, sodium hydroxide 와 benzene 은 Duksan

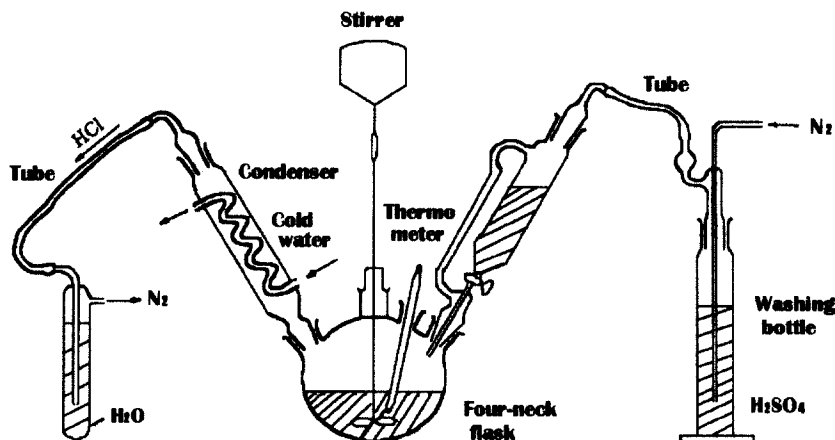


Fig. 1. Apparatus for synthesis of flame retardants.

Chemical Co., Ltd. 시약을 사용하였다.

2.3. 실험방법

Diphenylchlorophosphate의 합성 : Fig. 1에 나타난 바와 같이 온도계와 냉각기가 부착되어 있는 4구 플라스크에 2 몰의 phenol을 넣고 진한 황산을 통과시켜 건조시킨 N₂를 주입하면서 phosphorous oxychloride 1몰을 점적하고, 점적이 끝나면 140°C로 온도를 높여서 24시간 동안 반응시켰다. 반응후 얻어진 화합물을 170~174°C(6 mmHg)에서 감압증류하여 무색액체인 diphenylchlorophosphate(이하 DPCP라 칭함)를 얻었다. 반응시 발생하는 염화수소를 제거하기 위하여 N₂가스를 사용하였으며 제거된 염화수소 가스를 포집하여 염산으로 회수하였다(이광우, 1996).

Diphenyl-2-ethanolamidophosphate의 합성 : Fig. 1에 나타난 바와 같이 온도계와 냉각기가 부착되어 있는 4구 플라스크에 1몰의 DPCP를 넣고 N₂기류하에서 1몰의 ethanolamine을 서서히 점적하고 60°C에서 반응시켜 겔상의 고체를 얻었다. Fig. 2에 반응생성물의 합성경로를 나타냈다. 반응생성물은 염산염의 형태이므로 묽은 수산화나트륨 용액으로 중화하여 염화수소를 제거하고 겔상의 수율 62%의 diphenyl-2-ethanolamidophosphate(이하 DPEOAP라 칭함)를 얻었다.

합성물의 구조확인 : 적외선분광분석은 FT-IR spectrometer

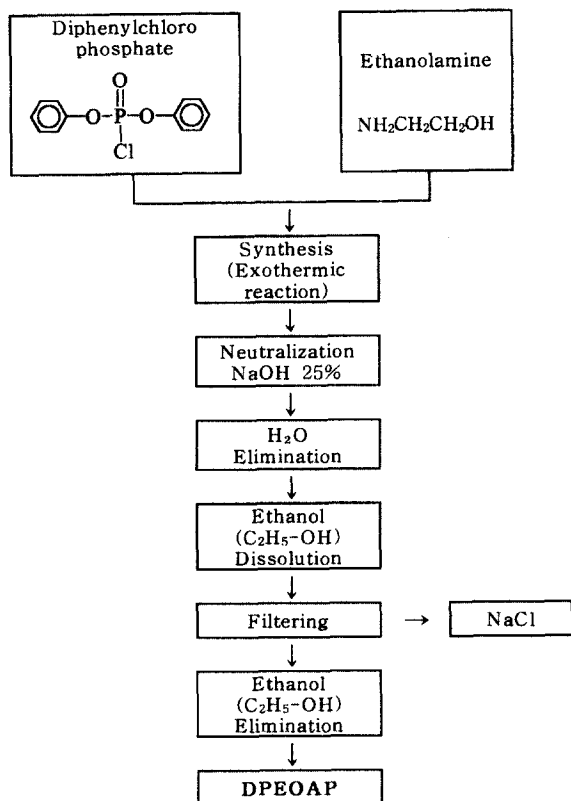


Fig. 2. Procedure of synthesis of DPEOAP.

(FTS-45, Bio-Red Digilab(USA))를 사용하여 KBr 법으로 측정하고, 핵자기공명분광분석은 ¹H NMR spectrometer(ARX-300, Bruker(Germany))를 사용하여 benzene-d₆을 용매로 하여 측정하고, GC-MS spectrometer(GC-17A, GCMS-QP5000, Shimadzu(Japan))를 사용하여 분자량을 측정하였다.

Polyester 직물의 방염처리 : 방염처리 절차는 Fig. 3에 나타내었으며 시료인 폴리에스테르 직물에 방염제를 처리하기 위해서 benzene용액에 주어진 농도로 완전히 용해시킨 처리액(용비 1:50)을 padding mangle(Han Won Co., HS 050 A)을 이용하여 2 dip 2 nip 한 후 예비건조, 큐어링 하였다. 부착량은 아래식에 의해 중량 증가율(add-on % : Q)을 계산하였다.

$$\text{Add-on}(\%) = \frac{W_2 - W_1}{W_1} \times 100$$

여기서 W₁은 처리전의 무게이며, W₂는 처리후의 무게이다.

처리직물의 내세탁성과 방염성 측정 : 방염도 측정은 폴리에스테르 직물을 DPEOAP로 처리하여 측정하였으며, 물성은 20°C, 65% RH로 조정시킨 테스트케터 속에서 48시간 동안 조정시킨 후 시료를 1g으로 하여 방염도 시험기(Yasuda Seiki Co., No-455)로 JIS L-1091의 microburner를 이용한 D(coil)법으로 접염횟수를 측정하였다.

내세탁성 확인은 KS K 0114의 가정세탁법 중 기계세탁에 의한 방법으로 내세탁성을 조사하였다.

강연도 측정 : Cantilever법을 이용하여 KS K 0539에 의해 강연도 측정기(Yasuda Seiki Co., Ltd)로 측정하였고, 다음과 같이 강연도(Drape stiffness : C)를 계산하였다.

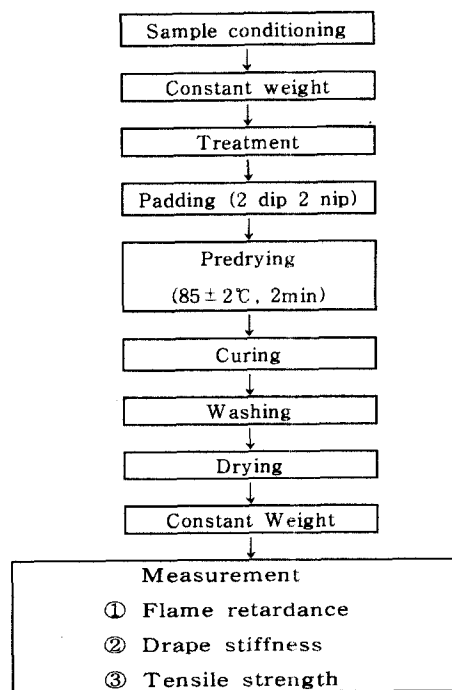


Fig. 3. Treatment process of DPEOAP.

$$C = \frac{D}{2}$$

여기서 C는 강연도(cm)이며, D는 표준 경사면에 늘어진 시험편의 길이(cm)이다.

인장강도 측정 : 인장강도는 Testometric Micro 350(Maywood Co., Ltd. England)을 사용하여 KS K 0520에 따라 ravelled-strip법으로 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

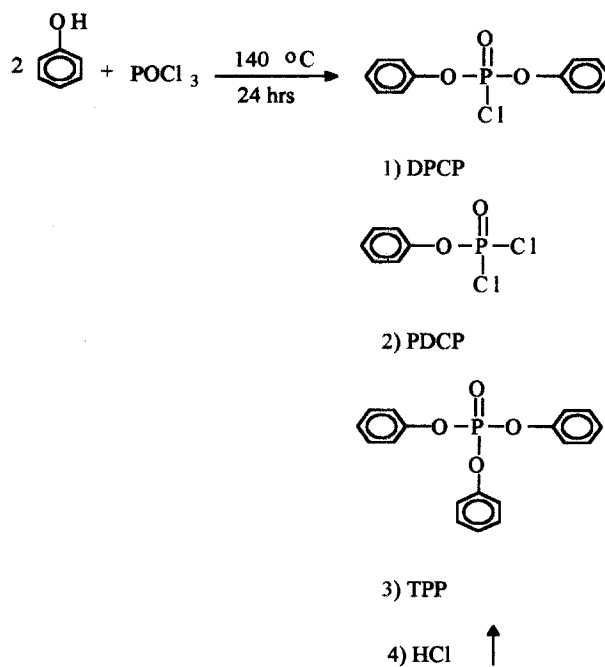
3.1. 합성물의 구조확인

DPCP의 구조확인 : 2 mol의 phenol과 1 mol의 phosphorous oxychloride를 반응시켜 DPCP를 합성하였고, 이들의 반응경로는 Scheme 1과 같다.

Scheme 1의 반응으로 얻어진 반응생성물의 구조를 확인하기 위해서 그 반응생성물의 FT-IR과 FT-NMR를 Fig. 4, Fig. 5에 나타내었다.

Fig. 4의 IR spectrum에서 3100~3000 cm^{-1} 부근에 방향족환의 $\nu_{\text{C-H}}$, 1600~1580 cm^{-1} 와 1490~1460 cm^{-1} 부근에 방향족의 특성흡수 band가 있고, 1310~1290 cm^{-1} 에 $\nu_{\text{P=O}}$, 1230~1160 cm^{-1} 부근에 $\nu_{\text{P-O-C(ar)}}$, 950 cm^{-1} 부근에 $\nu_{\text{P-O-C}}$ 의 특성흡수 band가 나타나 반응생성물은 DPCP인 것으로 확인되었으며, 보고된 spectrum과 일치하였다(이광우, 1996).

Fig. 5의 NMR spectrum에서 7.2 ppm에 방향족환에 기인하는 proton peak가 나타나 있는 것으로 보아, 이 합성물이 DPCP임을 알 수 있었으며(Charles J., 1974). 따라서, Scheme 1과 같은 반응경로에 의해 DPCP가 합성되었음이 확인되었다.



Scheme 1. Synthesis of diphenylchlorophosphate.

DPEOAP의 구조확인 : 합성된 DPCP를 ethanolamine과 반응시켜서 최종 생성물인 DPEOAP를 합성하였는데, 반응경로를 Scheme 2에 나타내었다.

반응에서 얻어진 생성물의 구조를 확인하기 위한 FT-IR, FT-NMR, GC-MS 를 Fig. 6, Fig. 7, Fig. 8에 나타내었다.

Fig. 6에서 알 수 있는 바와 같이 3500~3100 cm^{-1} 부근에 $\nu_{\text{O-H}}$, $\nu_{\text{N-H}}$ 특성흡수 band, 3100~3000 cm^{-1} 부근에 aromatic

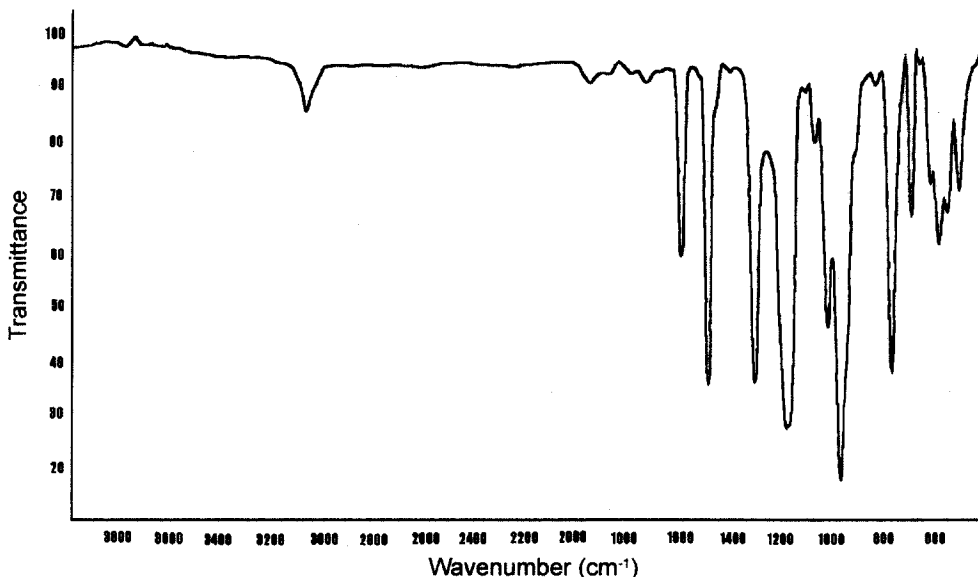


Fig. 4. FT-IR Spectrum of diphenylchlorophosphate.

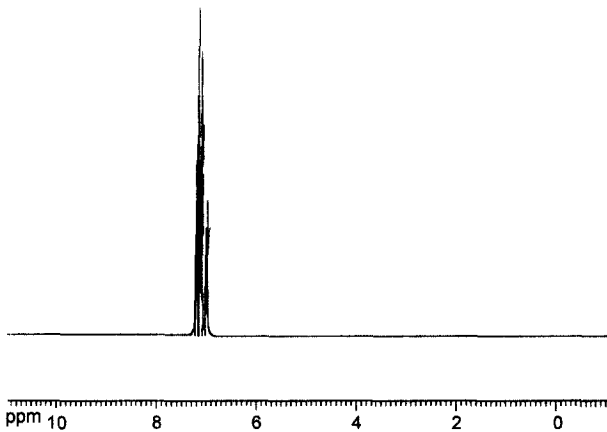


Fig. 5. ¹H-NMR Spectrum of diphenylchlorophosphate.

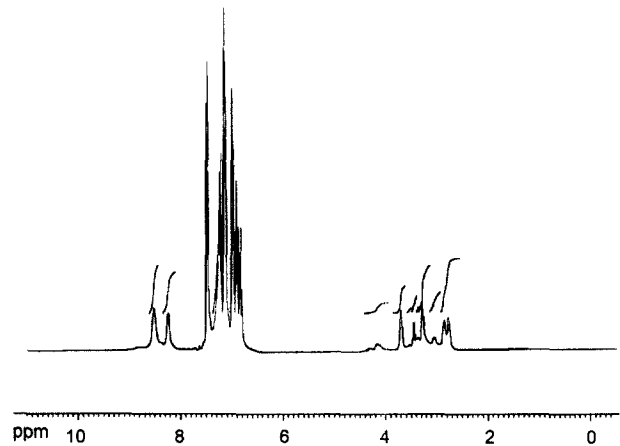
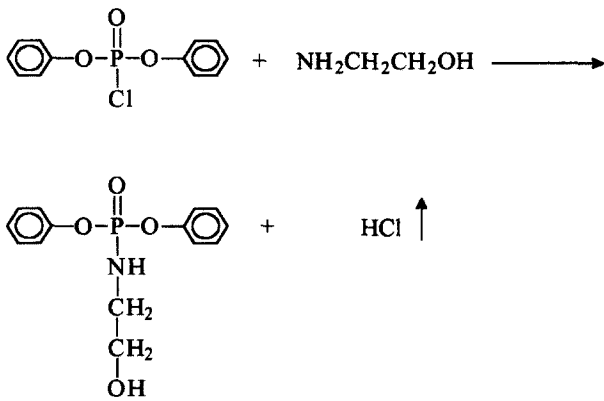


Fig. 7. ¹H-NMR Spectrum of diphenyl-2-ethanolamidophosphate.



Scheme 2. Synthesis of diphenyl-2-ethanolamidophosphate.

ring의 $\nu_{\text{C-H}}$ 특성흡수 band가 broad하며 서로 간섭하고 있는 것으로 추정된다. 또한 2900~2800 cm^{-1} 부근에 aliphatic

compound의 $\nu_{\text{C-H}}$ 특성흡수 band, 1640~1550 cm^{-1} , 900~700 cm^{-1} 부근에 $\nu_{\text{N-H}}$ 특성흡수 band, 1100 cm^{-1} 부근에 $\nu_{\text{P=O}}$ 특성흡수 band, 1240~1190 cm^{-1} 와 950 cm^{-1} 부근에 $\nu_{\text{P-O-C(ar)}}$ 특성흡수 band가 있는 것으로 보아 이 화합물은 DPEOAP인 것으로 추정된다.

Fig. 7의 NMR에서 알 수 있는 바와 같이 6.8~7.2 ppm 부근에 aromatic ring의 proton peak, 8.2~8.5 ppm 부근에 -NH-에 기인한 proton peak, 3.0~3.5 ppm 부근에 $\text{CH}_2\text{-OH}$ 에 기인한 proton peak, 2.7~2.9 ppm 부근에 -NH- CH_2 에 기인한 CH_2 의 proton peak 및 3.7~4.0 ppm 부근에 OH에 기인한 proton peak가 나타나 있으며, 그 적분비가 10:1:2:2:1 인 것으로 보아 최종 합성물이 DPEOAP의 화학구조와 일치함을 알 수 있다. 또한 Fig. 8의 GC-MS spectrum에서도 $m/e=77$ peak의 C_6H_5^+ fragment ion, $m/e=262$ 의 $(\text{C}_6\text{H}_5\text{-O})_2\text{PONHCH}_2^+$ frag-

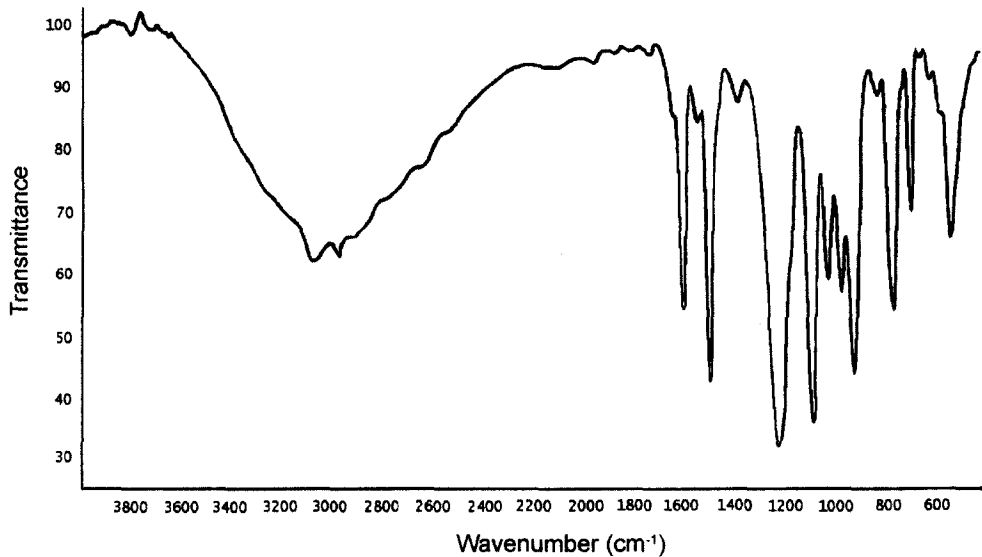


Fig. 6. FT-IR Spectrum of diphenyl-2-ethanolamidophosphate.

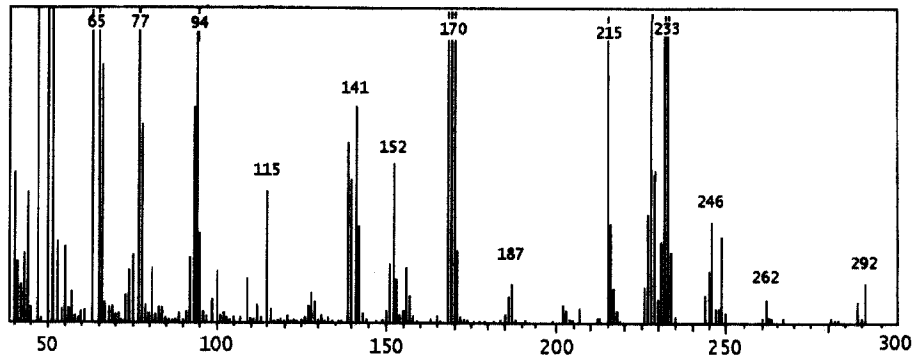


Fig. 8. Mass spectrum of diphenyl-2-ethenyl-2-ethanolamidophosphate.

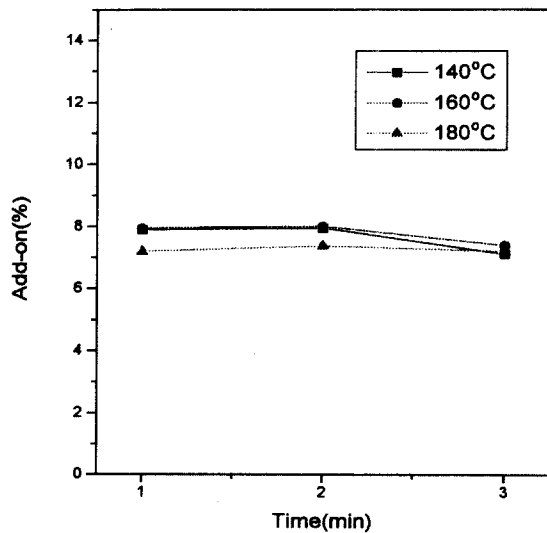


Fig. 9. Relationship between add-on and treating time of DPEOAP on polyester fabric at various temperature (conc.10%).

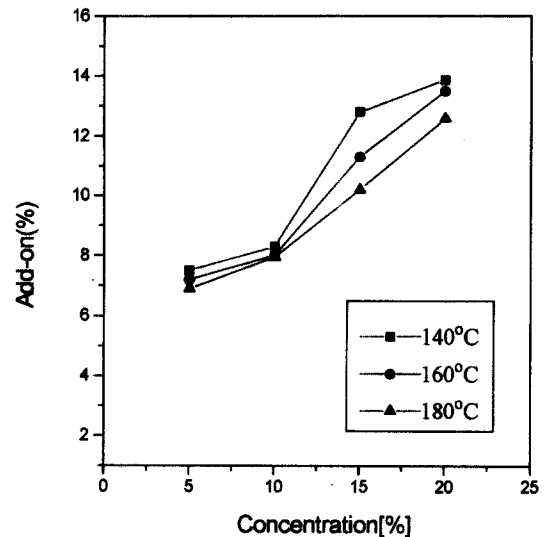


Fig. 10. Relationship between add-on and concentration of DPEOAP on polyester fabric treated at various temperature for 2 min.

ment ion 및 $m/e=292$ 의 peak가 나타나 있음이 확인되고, 반응은 Scheme 2와 같이 진행되어 DPEOAP가 합성되었음을 확인하였다.

3.2. 처리직물의 방염성

DPEOAP를 처리한 폴리에스테르 직물의 방염성 : Fig. 9는 DPEOAP 10%의 농도를 처리하였을 때 큐어링 시간 및 큐어링 온도의 변화에 따른 add-on을 나타낸 것이다.

Fig. 9에서 큐어링 시간이 증가할수록 add-on이 증가하다가 3분이 되면서부터 오히려 add-on이 저하하는 경향을 나타내고 있는데 이는 약제가 시간이 경과하면 섬유 외부로 옮겨져 add-on이 저하하는 것으로 추정되며 처리시간 2분에서 가장 높은 add-on을 나타내고 있음을 알 수 있었다.

Fig. 10은 방염처리후 큐어링 시간에 의한 add-on중 가장 높은 2분에서, DPEOAP 농도와 큐어링 온도의 변화에 따라 시료를 처리했을 때 처리된 시료의 add-on을 나타낸 것이다. DPEOAP의 농도가 증가할수록 add-on이 증가하는 경향을 나

타내었는데, 이것은 DPEOAP의 농도가 증가할수록 섬유표면에 부착되는 양이 증가하기 때문이라고 생각되며 낮은 농도에서도 add-on이 높은 것은 약제가 소수성이 강하여 섬유의 소수성기와 친화력을 가지고 있기 때문에 부착되어 있다는 것으로 판단된다. 또한 큐어링 온도를 변화시켰을 때 열처리온도가 변화함에 따라 폴리에스테르 직물의 add-on에는 큰 영향을 미치지 않았다.

Table 1은 DPEOAP를 폴리에스테르 직물에 처리후 add-on에 따른 접염횟수를 JIS L 1091의 microburner에 의한 D법(45° coil 법)에 의하여 측정된 결과를 나타낸 것이다.

접염횟수는 3회 이상이어야 방염성이 있는 것으로 알려져 있는데, Table 1의 접염횟수의 결과로부터 add-on의 증가와 함께 접염횟수도 증가하는 것을 알 수 있으며, 6.90%이상일 때 3회 이상의 접염횟수를 보여 우수한 방염효과를 나타내는 것을 알 수 있다. 또한 7.20%에서 10.20%까지는 4회, 그 이상에서는 5회의 효과를 나타내고 있다.

폴리에스테르 직물에 대한 DPEOAP 내세탁성 : Fig. 11은

Table 1. Number of flame contact of polyester fabric treated with DPEOAP

Add-on (%)	Number of Flame Contact	
	Warp wise	Weft wise
0	1	1
6.90	3	3
7.20	4	4
7.38	4	4
7.95	4	4
8.01	4	4
8.70	4	4
10.20	5	5
11.35	5	5
11.50	5	5
12.86	5	5
13.49	5	5
13.86	5	5

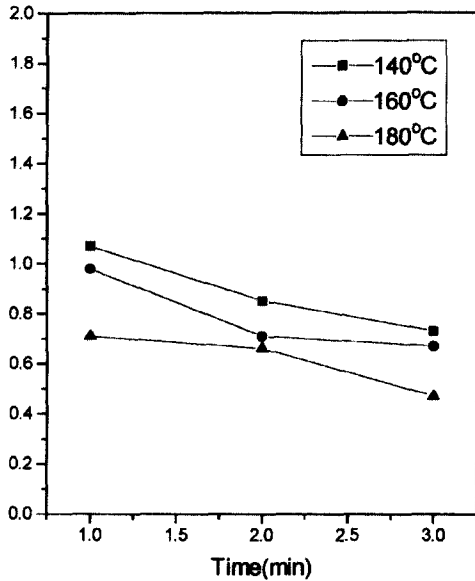


Fig. 11. Relationship between add-on and treating time of DPEOAP of polyester fabric treated at various temperature (after laundering).

DPEOAP를 benzene 용매에 주어진 농도(10%)로 큐어링 시간, 큐어링 온도별로 처리한 후 가정세탁법중 기계세탁에 의해 처리된 시료의 add-on을 나타낸 것이다.

Fig. 11에서 큐어링 시간 및 열처리 온도의 변화에 따라 폴리에스테르 직물의 add-on에는 큰 영향을 미치지 않음을 알 수 있었다. 그러나 140°C에서 180°C로 큐어링 온도가 높아짐에 따라서 add-on은 약간 낮아지는 경향을 나타내는데, 이것은 처리 온도가 높아지면 약제가 시료의 표면으로 이동하는 양이 많아져 세탁시 탈락한 것으로 추정된다.

Fig. 12는 열처리시간 2분에서 DPEOAP의 처리농도, 큐어링 온도를 변화시켜 시료를 처리하고, 세탁후 시료의 add-on을 나타낸 것이다. 큐어링 시간 2분에서 처리농도를 변화시켜 처리한 시료의 add-on은 농도가 증가할수록 증가하나, 열처리 온도

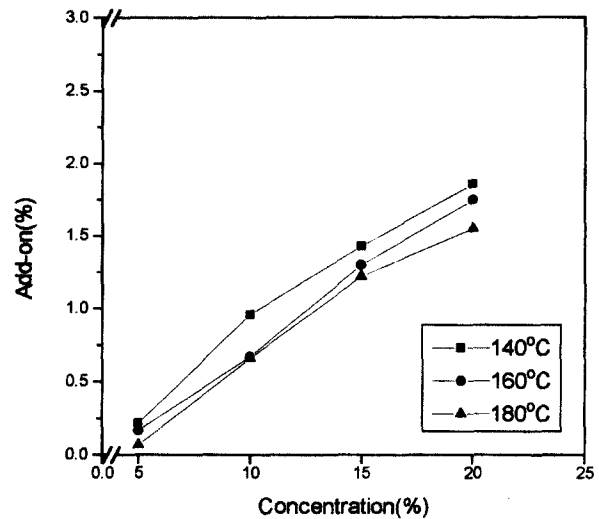


Fig. 12. Relationship between add-on and concentration of DPEOAP on polyester fabric at various temperature for 2 min (after laundering).

Table 2. Number of flame contact of polyester fabrics treated with DPEOAP

Add-on (%)	Number of Flame Contact	
	Warp	Weft
0	1	1
0.07	2	2
0.17	2	2
0.22	2	2
0.66	3	3
0.67	3	3
0.96	3	3
1.22	3	4
1.30	4	4
1.43	4	4
1.86	4	4
1.88	4	4
2.19	5	4

의 변화에 따라 폴리에스테르 직물의 add-on에는 큰 영향을 미치지 않았다.

Table 2는 DPEOAP를 폴리에스테르 직물에 처리후 add-on에 따른 세탁후의 접염회수를 측정된 결과를 나타낸 것이다.

접염회수의 결과로 보아 add-on 증가와 함께 접염회수도 증가하는 것을 알 수 있으며 0.66% 이상일 때 3회 이상을 나타내는 것으로 보아 적은 량의 약제 고착에 의해서 세탁후에도 우수한 방염효과를 나타내는 것을 알 수 있으며, 1.22% 이상에서는 4회의 효과를 보여 우수한 방염효과를 나타내었다.

Fig. 13은 세탁전과 세탁후 처리시료의 방염성을 검토하기 위하여 DPEOAP 처리한 시료를 KS K 0114의 세탁법에 의거 5회 세탁후의 add-on 변화에 의한 접염회수를 경사, 위사 구분하여 측정된 결과를 나타낸 것이다.

결과로 부터 세탁전보다 세탁후의 add-on은 많은 양이 감소

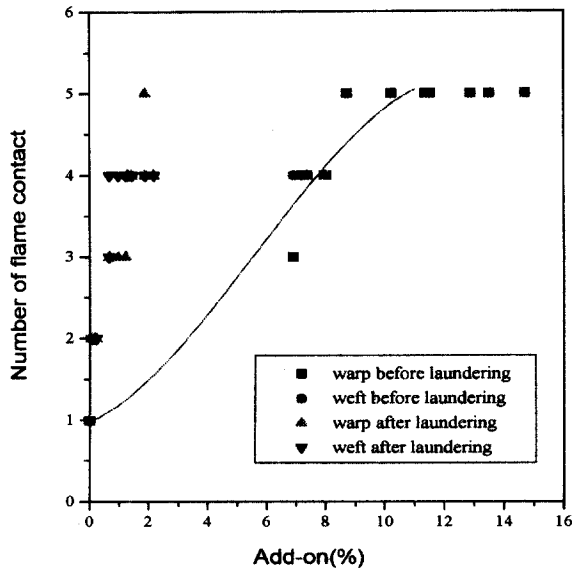


Fig. 13. Relationship between number of flame contact and add-on of PEOAP on polyester fabric treated at various condition.

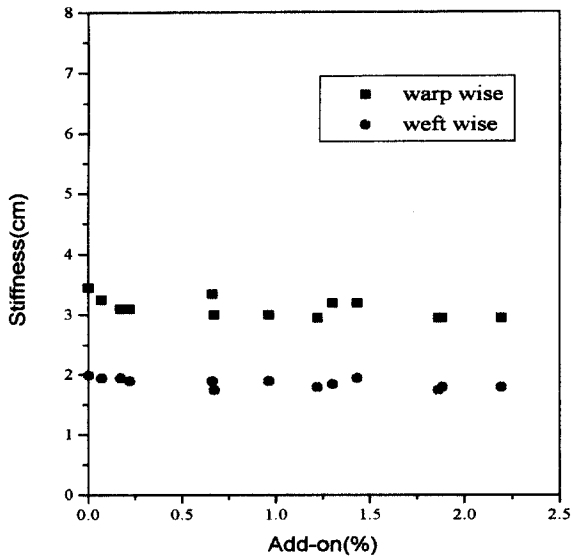


Fig. 14. Relationship between stiffness and add-on of DPEOAP on polyester fabric.

하고 있으나 접염회수에 있어서는 큰 변화가 없는 것을 알 수 있다. 이 사실은 세탁전 미고착된 DPEOAP는 방염효과에는 큰 영향을 미치지 않았다고 생각되며, 세탁후의 add-on이 0.66% 이상에 있어서 접염회수는 모두 3회 이상인데, 이같은 사실로부터 적은 양의 DPEOAP 약제가 섬유 비결정영역에 함침되어 add-on은 적어지지만 방염효과는 우수해진다고 판단된다.

3.3. 처리직물의 물성

DPEOAP add-on에 따른 강연도 변화 : DPEOAP가 폴리에스테르 직물의 우수한 부드러운 촉감의 물성에 영향을 미치는

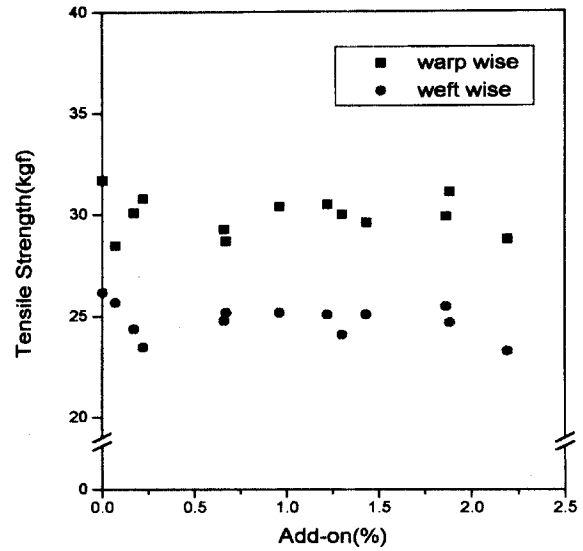


Fig. 15. Relationship between tensile strength and add-on of DPEOAP on polyester fabric.

지에 대하여 처리한 폴리에스테르 직물의 add-on 변화에 따른 강연도의 변화를 Fig. 14에 나타내었다.

DPEOAP로 처리한 폴리에스테르 직물은 add-on이 증가하여도 강연도는 거의 차이가 없는 것으로 보아 강연도에는 큰 영향을 미치지 않는 것으로 생각된다. 즉 약제가 시료의 비결정 영역에 함침되어 촉감변화에는 영향을 미치지 않는 것으로 추정된다.

DPEOAP add-on에 따른 인장강도 변화 : Fig. 15는 DPEOAP 처리직물의 add-on에 따른 인장강도를 나타낸 것이다.

방염약제가 강도에 영향을 미치는가를 보기 위해 미처리 시료와 처리후 시료의 강도 변화를 비교하면 강도저하에 약제의 큰 영향은 없고, add-on의 증가에 의하여 강도가 약간 저하하지만 큰 변화가 없음을 알 수 있다.

4. 결 론

합질소인산 ester계의 DPEOAP를 합성하고, benzene 용매를 이용하여 폴리에스테르 직물에 처리하여, 그 방염효과와 물성을 검토한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 합성한 DPEOAP는 benzene에 잘 용해되고, 이 성질을 이용하여 간편한 Pad-Dry-Cure 법으로 쉽게 방염처리 할 수 있다.
2. 방염제를 처리하는 가장 경제적인 처리조건은 DPEOAP 농도 10%, 열처리온도 140°C, 열처리시간 2 분이다.
3. DPEOAP의 내세탁성은 시판되고있는 타상품에 비하여 낮음에도 불구하고 add-on 0.66%의 적은 양으로도 접염횟수 3회 이상의 우수한 방염효과를 지닌다.
4. DPEOAP 처리에 따른 처리직물의 물성은 큰 변화가 없다.

참고문헌

- 이광우 (1996) "Diphenylbutylamidophosphate의 합성과 그 防炎性 및 毒性에 關한 研究". 영남대학교 대학원 박사학위논문, p. 3-17.
- 조 환 · 이광우 · 조인술 · 허만우 · 조용석 · 장두상 · 김수창 (1989) Diphenyl Methyl Phosphate와 Diphenyl Ethyl phosphate의 합성 및 PET 직물에 대한 방염성. *한국섬유공학회지*, **26**(5), 42-50.
- 秋 田 (1973) "高分子". *日本高分子學會誌*, **22**(233).
- 長竹孝夫 (1983) "纖維と防炎". 日本防炎協會, 東京, p.95.
- 岡部龍平 (1983) "纖維と防炎". 日本防炎協會, 東京, p.85-131.
- 高橋 大, 歸山明俊 増田俊郎 (1984) "高分子材料の難燃加工". 地人書館(日本), 東京, p.14.
- 西澤 仁 (1987) "ポリマ-の難燃化". 大成社(日本), 東京, p.49.
- 山田 衛 (1991) "纖維加工", 日本, 43, p.89.
- Charles P. and John R. C. (1974) "The Aldrich Library of NMR Spectra". John Wiley and Sons, Inc., New York.
- Martin R. and Hans. W. (1983) "International Plastics Flammability Handbook", New York, p.11.
- Lyons J. W. (1970) "The Chemistry and Uses of Fire Retardants". John Wiley & Sons, New York, p.370.
- Kuryla P. (1975) "Flam Retardancy of Polymeric Materials (3rd)", Plenum prdss, New York, p.187.
- Lewis A. P. (1978) "Flam Retardancy of Polymeric Materials (2nd)", Marcel Dekker, New York, p.38.
- Shigeko N. Erick J. M. and Ian H. (1991) Synergistic Effects of Bromine and Phosphorus on Flame Retardancy of Polyester Fibers. *Jp. Res. Assn. Text. End-uses*, **32**(12), 588-597.

(2000년 2월 20일 접수)