

고분자 첨가제인 난연제로서의 수산화마그네슘계 물질의 합성과 특성

강국현 · 이진화 · 이동규[†]

충북대학교 공과대학 공업화학과
(2009년 8월 20일 접수 : 2009년 10월 29일 채택)

Synthesis and Characteristics of Magnesium Hydroxide Group Flame Retardant for Polymer Additives

Dong-Kyu Lee[†] · Kuk-Hyoun Kang · Jin-Hwa Lee

Department of Industrial Engineering Chemistry, Chungbuk National University
Cheongju 361-763, Korea

(Received August 20, 2009 ; Accepted October 29, 2009)

Abstract : Different types magnesium hydroxide groups have been obtained using the hydrothermal precipitation technique from magnesium sulfate and calcium carbonate solution. The Mg atom coordinated around O atom of SO_4^{2-} in another layer to form a multi-layer structure crystal. The influence of synthesis parameters on the morphological characteristics and size of magnesium hydroxide groups precipitated in aqueous were investigated such as different of additive and pH. Magnesium hydroxide groups were decomposed gradually and converted finally to MgO particles after heated in air temperature up to 1050°C. The particle size and its distribution morphology, crystal phase and thermal behavior of the samples were characterized through XRD, SEM, EDS, and TG/DTA

Keywords : magnesium hydroxide, hydrothermal, flame retardant, whisker, bead

1. 서론

현재는 고분자의 시대라 할 수 있을 만큼 인류가 삶을 영위하는데 있어 예로부터 사용된 목재, 금속 및 석재 등을 대신하는 대체 물질로 적용범위가 건축, 자동차, 전기·전자제품, 항공기 및 선박 등 내장 및 외장 소재로서 사용되고 있다. 이는 기존의 재료에 비해 저렴하고,

성형이 쉬우며 고강도, 내구성 및 내식성 등의 장점을 갖고 있기 때문이다. 이에 반해 충격에 약하고, 열화가 쉽고, 낮은 열안정성의 단점이 있어 최근 유·무기 소재의 첨가제를 사용해 단점을 보완하고자 하는 연구가 활발히 진행되고 있다[1-3].

첨가제는 안정제, 충전제, 착색제, 난연제, 대전방지제 및 가소제 등 많은 종류가 있으며, 물성을 향상시키고 다양한 기능을 부여하는 물질들이다. 여러 물질 중 난연제는 탄소, 수소, 산소로 구성된 고분자가 열에 의해 매우 쉽게 연

[†]주저자 (E-mail: dklee@chungbuk.ac.kr)

소되는 단점을 보완하여 초기 착화 온도를 낮추어 연소 시간을 지연시키고, 화기가 번지지 않도록 하는 물질이다. 난연제의 종류에는 안티몬계, 수산화알루미늄계, 인계, 할로젠계 등 다양한 종류가 있다. 기존의 다양한 소재로 합성되는 충전제 및 난연제로서 사용되는 물질 중 친환경적이고 단위 질량당 열함유량이 우수한 수산화마그네슘 $Mg(OH)_2$ 계열의 난연제가 주목 받고 있다[4]. 할로젠계와 비교하면 연소시 유독가스가 발생하지 않아 독성이 없고, 수산화알루미늄계의 물질 보다 열용량이 크며, 부식성이 적고 전기절연성도 우수하며 난연제 시장의 대체재로서 발전가능성이 매우 높다[5]. 마그네슘계 물질의 거동은 특별한 형태와 구조 그리고 특유의 기계적 물성 때문에 많은 주목을 받고 있다[6-8]. 이들은 높은 분해 온도(약 800~1000℃)와 열용량을 갖게 된다. 이에 의해 열가소성 고분자나 합금에서의 효과적인 충전제 또는 강화물질로서 폭 넓게 적용할 수 있다[9].

수산화마그네슘을 합성하는 방법은 대표적으로 수열합성방법이 있고, 그 외에 습윤침전법 및 O/W 에멀전법 등을 사용하여 제조할 수 있다. 사용 원료에는 마그네슘을 구성하는 물질로 황산마그네슘과 염화마그네슘, 탄화마그네슘이 대표적이며 수산기를 제공하는 물질로는 수산화나트륨, 요소, 수산화암모늄 등의 알칼리성 물질이 있으며 생성물의 형태는 비드, 플라워, 로드, 라멜라 등으로 존재하고, 얻어지는 물질로는 수산화마그네슘 뿐만 아니라 마그네슘옥시화물 또는 수산화마그네슘 복합체 또한 얻어진다고 보고되었다[10]. 결정 구조 및 형상에 의해 특성이 결정되는 수산화마그네슘은 난연제 뿐만 아니라 고온에서 열 분해를 통하여 제조되는 산화마그네슘의 형상을 조절하는 전구체로서, 반도체 소재 및 우주항공 분야의 소재로서도 중요한 재료이다. 이에 결정 및 형상 조절에 대한 연구가 활발히 진행되고 있으며, 고분자용 첨가제 분야 이외의 반도체 등의 응용분야에서도 중요한 전구물질로서의 활용성이 주목받고 있다[11].

본 연구는 수열합성법을 이용하여 수산화마그네슘계 난연제를 합성하였다. 출발물질의 조성비, 반응계 내 pH, 첨가제의 종류 및 반응온도에 따라 입자의 결정성, 형태, 분산성, 입도 변화 및 조성을 확인하였다. 저용해 탄산염인 탄산칼슘의 사용은 수산기를 제공하기 위한 물질로서, 반응에 의해 수산기의 공급을 위해 사

용되었다[12]. 위의 조건들에 의해 합성된 생성물의 형태와 결정성 및 온도에 의한 열적 특성 및 고분자내 분산 특성을 확인하였다.

2. 실험

2.1. 실험 재료 및 범위

수산화마그네슘계 물질의 합성을 위하여 사용한 출발 물질은 마그네슘을 공급하기 위하여 고순도 magnesium sulfate heptahydrate (99%, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, DC chemical Co., Ltd.)를 사용하였고, 수산기의 양을 조절 하기 위해 calcium carbonate (98.5%, $CaCO_3$, DUKSAN PURE CHEMICAL Co., Ltd.)를 사용하였으며, pH 의 조절을 위해 hydrosulfuric acid (95%, H_2SO_4 , SK chemicals)를 사용하였다.

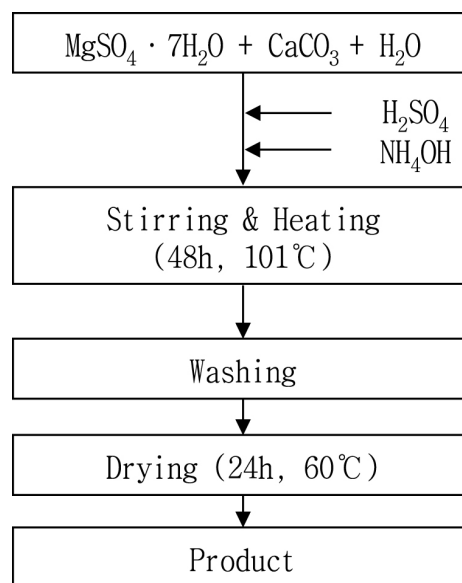


Fig. 1. Preparation procedure of magnesium based materials.

Fig. 1은 수열합성법에 의한 수산화마그네슘계 물질 합성의 개략적인 공정도를 나타낸 것이다. 증류수 250 ml 에 황산마그네슘 0.1 mol 과 탄산칼슘의 0.01 mol 을 기본으로 하여 모체에 대한 탄산칼슘의 양을 변화시켜 반응기 내에서 강력 교반기를 이용하여 약 250 rpm 으로 혼합한 뒤, 온도 범위는 90~101 °C 범위를

변수로 하여 반응하였다. 혼합용액을 가열하고 실험에서 탄산칼슘에 의해 수산기를 제공할 경우 이산화탄소가 발생하게 되는데 이를 방출하기 위해 펌프를 이용하여 400 ml/min 의 유량으로 공기를 주입하였다. 5~48 시간 반응 후 합성된 물질을 회수하여 수세하고, 60 °C에서 24시간 건조하여 백색의 마그네슘계 생성물을 얻었다.

2.2. 실험 방법 및 분석

Table 1은 실험에서 반응 조건을 변화시킨 합성 변수를 간략히 나타낸 것이다. 기본 물질은 황산마그네슘과 탄산칼슘으로 하여 실험 변수로 탄산칼슘의 양을 조절하고, 산성 영역의 pH 조절에 대한 변화를 알아보기 위해 고순도 황산을 사용하였고, 침전제 및 염기성 영역의 pH의 영향을 확인할 수 있도록 수산화암모늄을 사용하였으며, 또한 강염기의 영향을 알아보기 위해 2 mol 농도의 수산화나트륨으로 pH를 조절하였다. 반응 시간에 따른 변화를 알아보기 위해 5~48 시간으로 변화하여 합성시간을 조절하였고, 마지막으로 합성 온도 범위를 알아보기 위하여 90~101 °C로 온도를 변화시켜 실험하였다.

합성한 생성물의 확인은 다음과 같은 방법으로 수행하였다. 결정성 및 합성물의 확인을 위하여 X-선 회절분석기(XRD, Model RTP300RC, Rigaku Co.)를 이용하여 분석하였고, 결과는 참고문헌의 결정 패턴을 참조하였다. 분석 조건은 Cu-K α radiation을 사용하여 5~70 °의 회절각(2 θ) 범위에서 행하였으며 스캔속도는 5°/min로 하여 회절스펙트럼을 얻었다. 수산화마그네슘의 형상 및 입자크기는 주사전자현미경(SEM, LEO-1530FE, Hitachi Co.)으로 관찰하였고, 합성물내의 기능기는 적외선 분광기(FT-IR, 480plus, Jasco)를 이용하여 확인하였다. 열분석기(TG/DTA, SDT2960, TA Instruments)를 이용하여 시간 변화에 대한 온도 상승에 따른 질량 변화와 열 흐름 특성을 측정하였다. 생성물의 구성 원소 확인과 불순물의 확인은 원소분석기(EDS, S-2500C, Hitachi Co.)를 통하여 확인하였다. 고분자내 분산성을 알아보기 위해 액체 파라핀에 합성된 물질을 넣고 초음파에 분산시킨 후 혼합성 및 분산안정성을 관찰하였다[13]. 난연성의 확인을 위해 생성된 로드형태의 생성물을 12 %의 EVA와 시료에 양적 비율을 100 : 60 (중량비)으로 하여 혼합을 하였다. 규격에 맞는 시편을

표 1 Table 1. Formulation of Reaction Material for Mg(OH)₂ Based Materials.

NO.	MgSO ₄ · 7H ₂ O (mol)	CaCO ₃ (mol)	H ₂ SO ₄	NH ₄ OH	NaOH (2mol/l)	Temp(°C)	Time(h)
MH-01		0.01					
MH-02	0.1	0.03	-	-	-	101	48
MH-03		0.05					
MH-04			pH 2.4				
MH-05	0.1	0.01	pH 4	-	-	101	48
MH-06			pH 6				
MH-07				pH 9.5			
MH-08	0.1	0.01	-	pH 10	-	101	48
MH-09				pH 10.5			
MH-10					pH 8.6		
MH-11	0.1	0.01	-	-	pH 9.0	101	48
MH-12					pH 10.5		
MH-13						90	
MH-14	0.1	0.01	-	-	-	95	48
MH-15						101	
MH-16							5
MH-17	0.1	0.01	-	-	-	101	24
MH-18							48

제조하기 위해 혼합한 시료를 혼련 하였다. 혼련 속도는 50 rpm으로 조절하고 160 °C로 5분 동안 가공하였으며, 혼련 후 가공물의 성형은 160 kgf/cm²의 압력에서 170 °C의 온도로 시편을 KSM ISO 4589-1 (플라스틱 산소 지수에 의한 연소 거동의 측정) 규격에 따라 제조하여 LOI를 측정 하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. XRD에 의한 결정 특성

Fig. 2는 수산화마그네슘계 합성물의 첨가제 조건에 따른 결정성 및 생성물의 XRD 분석 결과이다. Fig. 2(a)는 황산마그네슘과 탄산칼슘의 양적 비를 0.1/0.01 mol의 합성 조건으로 실험을 행하여 나온 결정성 결과이다. 참고문헌의 조건을 비교하여 마그네슘옥시설페이트로 확인되었다[14]. Fig. 2(b)는 황산마그네슘의 양을 0.1 mol로 고정하고 탄산칼슘의 양을 0.03 mol로 하여 실험을 진행하였을 때 합성된 물질의 결정성 피크이다. 마그네슘옥시설페이트와 탄산마그네슘 및 수산화마그네슘의 피크가 함께 나타남을 확인하였다. Fig. 2(c)와 (d)는 산·염기 물질을 일정량 첨가하여 pH를 각각 4와 9.5로 조절하여 얻어진 생성물의 결정 피크로서 마그네슘옥시설페이트의 피크와 수산화마그네슘의 결정성이 확인 되었다. Fig. 2(e)의 경우는 강염기인 수산화나트륨의 농도를 조절하여 반응계의 pH를 10.5로 조절한 후의 합성 물질의 결정성으로 수산화마그네슘의 형태를 띠는 것을 확인하였다. Fig. 2(f)의 경우는 95 °C의 합성 온도에서 얻어진 생성물로서 101 °C에서 합성한 생성물과 같은 결정성 피크를 갖는 것을 확인할 수 있다. 이때 Fig. 2(a)와 달리 탄산마그네슘의 피크를 확인할 수 있는데 이는 합성온도가 충분히 높지 않아 탄산칼슘의 분해에 의해 생성되는 수산기의 양이 적어 생성된 것으로 확인할 수 있다.

Fig. 2(a)의 경우는 pH 7~8 영역에서 황산마그네슘과 탄산칼슘의 비가 0.1/0.01이며, 기타의 첨가제가 들어가지 않은 경우이다. 결정은 마그네슘옥시설페이트의 결정 구조이고, 수산화마그네슘의 결정이 함께 나타남을 확인할 수 있었다[15]. Fig. 2(b)는 황산마그네슘과 탄산칼슘의 양적비를 조절하여 합성 하였을 때 나타난 결

정성 피크로서, 탄산칼슘의 양이 증가할 경우 탄산마그네슘과 마그네슘옥시설페이트의 결정성이 함께 나타나는 것이 확인되었다. Fig. 2(c)는 황산의 양을 조절하여 생성된 결정으로 마그네슘옥시설페이트계 물질과 수산화마그네슘계 물질의 결정형이 나타났다[16]. Fig. 2(e)에서는 강염기인 수산화나트륨을 이용하여 반응기내 pH를 10.5로 조절하였을 때 생성된 결정성으로 전형적인 육방정계형의 수산화마그네슘의 결정이 생성되었다. Fig. 2(f)는 온도를 조절하여 합성하였을 경우로서 101 °C에서의 합성했을 경우와 같이 95 °C에서도 마그네슘옥시설페이트의 결정이 생성됨이 확인되었다. 또한 생성물 내에 탄산마그네슘의 결정이 나타남을 확인할 수 있었다.

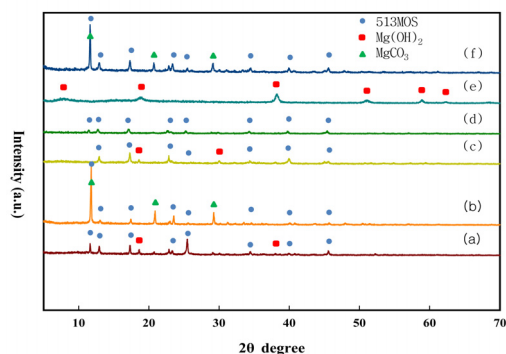


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of magnesium hydroxide based groups.

3.2. SEM에 의한 형상 특성

Fig. 3(a)~(c)는 황산마그네슘을 0.1 mol, 탄산칼슘을 0.01 mol의 조건에서 반응시간에 따라 얻어진 생성물의 SEM 사진이다. Fig. 3(a), (b), (c)는 반응 시간을 각각 5, 24, 48시간 변화하였을 때 얻어진 생성물이다. (a)와 (b)의 경우를 보면 생성물의 입자가 성장하는 것을 관찰할 수 있다. 완전한 형태는 아니지만 로드 또는 휘스커 형태의 결정으로 자라는 것을 확인할 수 있고, Fig. 3(c)의 측정결과를 통해 48시간 경과 후의 생성물이 분산이 잘되고 입자의 형성이 잘 이루어진 물질이 합성된다는 것을 확인할 수 있었다. Fig. 3(d)는 첨가제로서 황산을 넣어 생성된 물질이다. 산성 영역에서의 변화를 알아보기 위해 황산을 넣어 생성한 경우에도 로드형의 물질이 생성됨을 확인할 수 있었으며,

Fig. 3(e)는 침전제 및 pH 조절제로 사용된 수산화암모늄을 넣어 pH 9에서는 로드형태의 물질이 생성되었다. Fig. 3(f)는 강염기인 수산화나트륨을 첨가제로 넣어 합성한 실험이다. pH 10.5 영역에서 완전한 구형이 아닌 불링공처럼 구멍이 나있는 비드형의 물질이 생성됨이 확인되었다. 다음 Fig. 3(h)의 경우는 합성 온도를 95 °C로 하여 합성하였을 때 생성된 물질이며, Fig. 3(g)는 101 °C에서 합성되어진 물질이다. Fig. 3(h)의 경우 SEM 사진을 비교하여 합성

온도에 따른 차이점을 확인해 보면, 같은 합성 시간에서 101 °C에서 합성한 물질은 95 °C에서 합성한 물질에 비해 길이는 짧아지나, 직경이 큰 물질이 생성됨을 확인할 수 있었다.

Fig.4는 생성된 물질들을 EDS를 통하여 구성 원소를 분석한 결과이다. 실험 조건에 의해 생성된 모든 합성물질은 모두 같은 피크를 나타낸다. 이를 통해 합성된 물질의 구성은 마그네슘과 산소로 구성되어져 있고, 마그네슘계 물질임을 확인할 수 있었다.

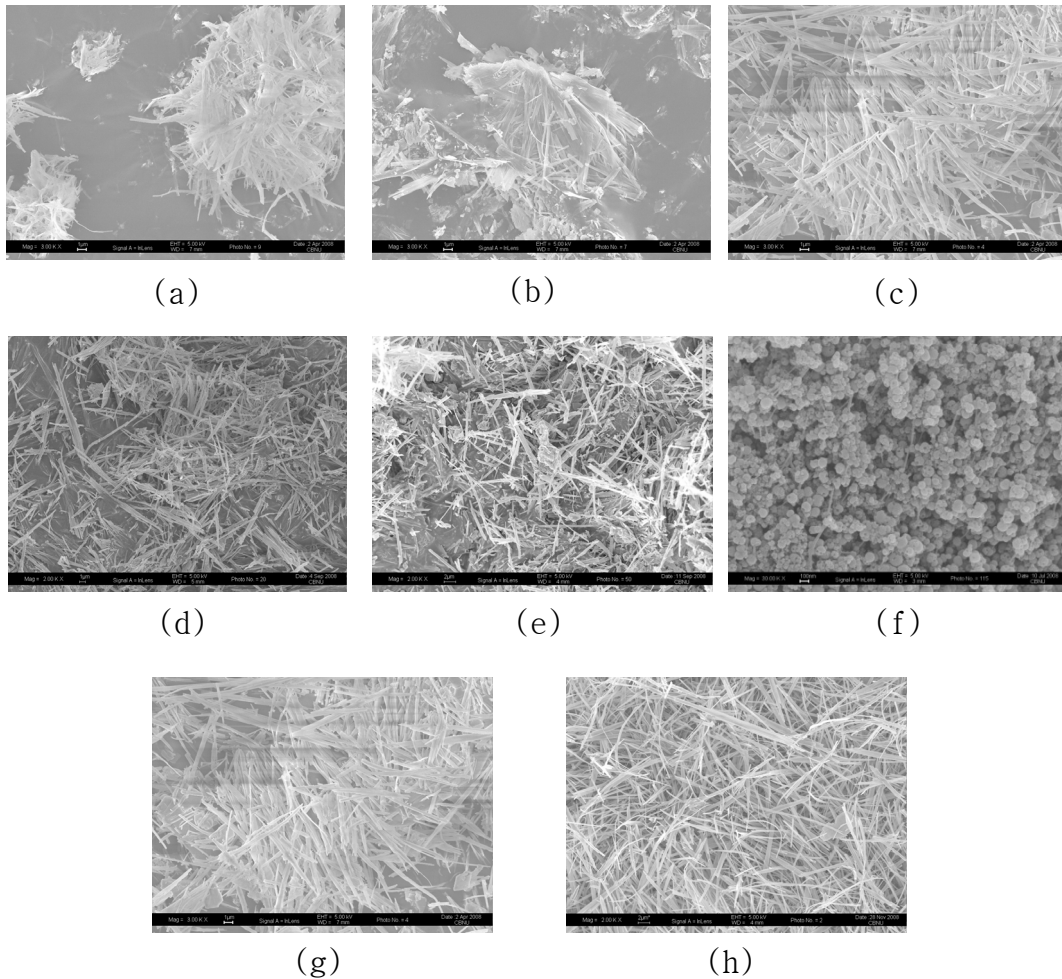


Fig. 3. SEM image of magnesium hydroxide groups. (a) 5 h (b) 24 h (c) 48 h (d) additive H_2SO_4 (e) additive NH_4OH (f) additive $NaOH$ (g) 101 °C (h) 95 °C

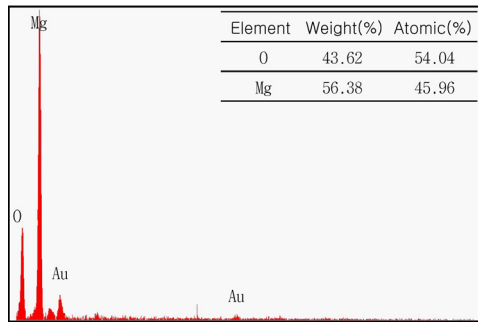


Fig. 4. EDS spectrum of magnesium hydroxide based groups.

3.3. FT-IR에 의한 반응 확인

Fig. 5는 적외선 분광기를 이용하여 수산화마그네슘계 생성물의 기능기를 확인한 것이다. Fig. 5(a)는 각 실험에서 MH-12를 제외한 각 샘플 중 로드 및 휘스커 형태로 생성되는 물질의 공통된 피크이고, Fig. 5(b)는 비드 형태를 나타낸 MH-12의 생성물의 피크이다. Fig. 5(a)와 (b)의 각각에서 나온 피크는 3661 cm⁻¹의 값을 갖는 수산기인 OH가 존재하는 영역의 수치로서 이를 통해 생성된 물질이 수산기를 포함하고 있음을 확인할 수 있으며, 1635 cm⁻¹과 1432 cm⁻¹의 피크는 마그네슘과 수산기가 함께 공존하고 있는 경우에 나타나는 부분으로서 이를 통해 마그네슘과 수산기의 결합을 확인할 수 있다. 1118 cm⁻¹에서 확인되어지는 피크는 SO₂에 의해 나타나는 피크로 결합내에 SO₂가 존재하고, 모체로 사용된 황산마그네슘에 의해 나타나는 곳이다. Fig. 5(a)와 (b)의 경우 모

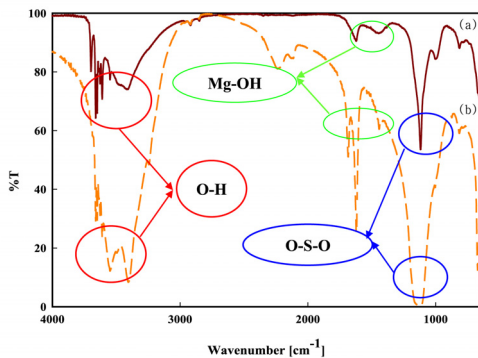


Fig. 5. FT-IR spectrum of magnesium hydroxide based groups.

두 같은 영역에서의 피크 값을 확인할 수 있는데, 이것은 생성물의 결합내에 기본 모체가 황산마그네슘이므로 SO₂가 존재하고, 각 실험에서 합성된 물질은 수산기를 포함한 수산화마그네슘계 물질이라는 것을 추측할 수 있다.

3.4. 열적 특성 분석

Fig. 6은 실험에서의 TG/DTA 분석에 의해 측정되어진 값을 나타낸 것이다. Fig. 6(c)는 로드 및 휘스커 형태로 생성된 마그네슘옥시설페이트류의 TG 곡선으로서 온도 변화에 따른 각 부분의 중량 감소 요인을 분석해 보면 100 °C 부근에서의 중량 감소 곡선은 물질이 가진 표면수가 제거 되면서 나타나는 부분이고, 277 °C와 380 °C에서의 감소는 분자구조중 수산화마그네슘내의 물이 완전히 제거되어 산화마그네슘과 황산마그네슘으로 분해되면서 나타나는 부분이며, 890 °C에서의 변화는 황산마그네슘에서 황산기가 제거되면서 최종적으로 산화마그네슘이 생성되어 나타나는 중량 감소 부분으로 해석할 수 있었다. Fig. 6(d)는 비드형태로 생성된 물질의 TG 곡선으로서 전형적인 수산화마그네슘의 분해 곡선을 나타내고 있다. 표면수가 제거된 후 약 400 °C부근에서 수산기가 제거되면서 중량이 감소되어 최종적으로 산화마그네슘이 생성되는 것을 확인할 수 있다. Fig. 6(a)와 (b)는 DTA 분석으로서 TG 곡선과 비교에서 중량 감소가 나타날 때 반응이 흡열반응으로 주변의 에너지를 흡수하여 연소가 되는 것을 확인할 수 있었다.

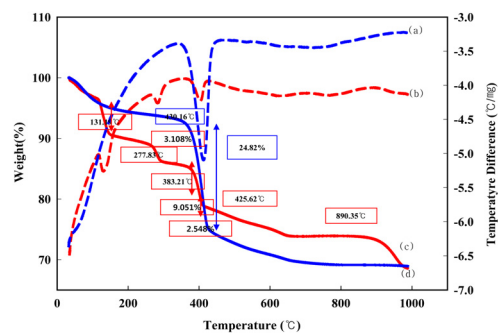


Fig. 6. TG/DTA curves of magnesium hydroxide based groups. (a) DTA curve by bead (b) DTA curve by rod and whisker (c) TG curve by rod and whisker (d) TG curve by bead

3.5. 분산성 확인

분산성은 침전속도의 측정을 통해 확인하였다[13]. 침전속도는 특정 용매에 생성물을 분산시킨 후 분산정도를 관찰하고 시간에 따른 입자의 침전을 관찰하는 것으로 확인할 수 있었다. 생성된 물질의 소수성내에서의 분산특성을 확인하여 고분자 물질과 같은 유기 물질로의 분산 가능성을 알아보기로 용매를 액체 파라핀으로 하여 실험을 하였고, 이와 비교를 위해 증류수를 사용하여 관찰 실험을 진행하였다. 액체 파라핀 내에 0.06 g의 생성물을 넣어주고 초음파 기기를 이용하여 15분간 분산시킨 것과 같은 조건으로 하여 물에 분산시킨 후의 차이점을 확인하였다. 또한 각각의 물질의 분산 안정성을 알아보기 위하여 분산 후 물질이 가라앉는 시간을 측정하였다.

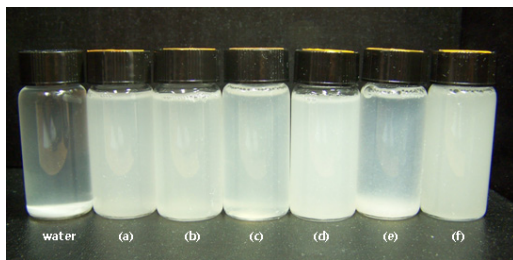


Fig. 7. Sedimentation of magnesium hydroxide based materials.

Fig. 7은 초음파에서 15분 분산 후의 생성물의 침전결과를 관찰한 사진이다. 처음의 샘플은 대조를 위해 증류수에 MH-01의 생성물을 넣어 분산하였고, 나머지 샘플은 각각의 생성물을 파라핀 내에서 분산시킨 후의 사진이다. 각각의 샘플은 MH-01의 샘플번호와 동일한 조건의 생성물을 파라핀에 넣어 합성한 것이다 Fig. 7(a)는 MH-01 (b)는 MH-02 (c)는 MH-05 (d)는 MH-07 (e)는 MH-12 마지막으로 (f)는 MH-14의 생성물을 각각 넣어 분산 후의 사진이다. 증류수에 넣어 분산을 하면 약 5~10분 이내에 침전이 되는 것을 확인할 수 있고, 분산도가 떨어짐을 확인할 수 있었으나, 파라핀내에서는 분산이 잘 이루어짐을 확인할 수 있다. 침전속도가 빠른 순서로 나열하면 Fig. 7(e)는 약 1시간 20분, (f)는 약 2시간, (b)는 약 2시간 30분, (d)는 약 5시간, (c)는 약 5시간 30분 그리고 (a)는

6시간 후 완전히 침전되는 것을 확인할 수 있었는데, pH가 높아질수록 침전 속도가 빨라지는 것을 알 수 있었다.

3.6. 난연성 확인

난연성을 확인하기 위해 MH-01의 생성조건으로 합성된 시료를 난연성 측정에 사용하였다. 규격에 따라 제조된 시편을 이용하여 산소지수를 측정한 결과는 Table 2에 나타내었다.

Table 2. LOI Result of Magnesium Hydroxide Groups Flame Retardant.

Sample	LOI (%)
EVA (12 %)	17.5
EVA + Commercial I	25.9
EVA + Commercial II	26.5
EVA + Sample	25.3

Length 6.5 mm

Wide 3.0 mm

EVA/Sample = 100 g/ 60 g

Total 160 g

※ Experimental condition: KSM ISO 4589-1

Table 2를 통한 산소 지수 측정 결과에서 합성된 생성물의 측정값은 순수 EVA(12 %)일 때 연소값에 비해 높은 수치를 나타내고 있다. 상업화된 수산화마그네슘의 난연지수와 비교해보면 거의 차이가 없음을 알 수 있었다. 합성물의 결과를 비교하기 위해 사용된 상업화된 수산화마그네슘은 산소지수 측정 전에 표면처리를 위한 코팅과 기타 처리과정을 거친 후의 최종 상업용 물질을 이용 산소지수를 측정하였고, 합성된 로드형의 물질은 전처리 및 코팅을 하지 않고 순수한 상태로 샘플을 만들어 측정값이므로 합성된 물질의 산소지수 값이 상업용 난연제의 산소지수와 근사하게 나타난 것으로 보아 난연제로서 사용할 수 있는 가능성을 확인할 수 있었다.

4. 결론

본 연구에서는 수산화마그네슘계 물질의 생성 조건과 pH 변화와 합성 온도에 따른 형상 특성, 분산 안정성 및 난연특성을 알아보았다.

실험에서 분산성 및 형상특성의 조절에 유리한 수열합성법을 사용하여 제조하였고, 결정형의 변화를 조절하기 위해 pH 조건을 변경하여 결정을 성장시켜 pH에 의한 입자의 형태 변화를 알아보고, 액체 파라핀에 분산시켜 소수성내에서의 안정성과 난연성 실험을 통해 알아본 결과는 다음과 같다.

1. 첨가제를 넣지 않고 합성시 로드형의 생성물이 합성되었으며, 황산마그네슘 수화물과 탄산칼슘의 양적 비는 0.1/0.01 mol ratio로 알 수 있었다. 황산을 첨가하여 실험을 진행한 경우 로드 형태의 물질이 확인되었으며, 95 °C 및 101 °C의 범위에서도 화합물이 생성됨을 확인 하였다.
2. 암모니아수를 첨가하여 pH 9.0 영역에서 합성시 휘스커 형태 및 로드형의 생성물을 확인하였다. 수산화나트륨의 강염기를 이용하여 pH를 조절한 경우 pH 10.5 영역에서 로드나 휘스커의 형태와 다른 비드형의 물질이 생성됨을 볼 수 있었다.
3. 생성된 합성물 중 로드형의 물질을 고분자 물질 중 EVA와 혼합하여 난연성을 측정하는 실험에 의해 산소지수를 측정한 결과 25.3 %의 값을 갖는 것을 확인할 수 있었다. 이것은 기존의 상업용 물질과 근사한 값을 갖는 것으로 보아 난연제로서의 사용 가능성을 확인할 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 2008년도 충북대학교 학술 연구 지원 사업의 연구비 지원에 의하여 연구되었으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. Ziaotang LV, Hari-Bala, Minggang L, Xiaokun Ma, Shanshan Ma, Ye Gao, Lanqin Tang, Jingzhe Zhao, Yupeng Guo, Xu Zhao, Zichen Wang, In situ synthesis of nanolamellas of hydrophobic magnesium hydroxide, *Colloids Surf., A*, **296**, 97 (2007).
2. Yi Ding, Guangtao Zhang, Hao Wu, Bin Hai, Liangbin Wang, and Yitai Qian, Nanoscale Magnesium Hydroxide and magnesium oxide powders: control over size, shape, and structure via hydrothermal synthesis, *Chem. Mater.* **13**, 435 (2001).
3. Qian Hai-yan, Deng Min, Zhang Shao-ming, Xu Ling-ling, Synthesis of superfine Mg(OH)₂ particles by magnetite, *Mater. Sci. Eng., A*, 445 (2007).
4. C. Henrist, J.-P. Mathieu, C. Vogels, A. Rulmont, R. Cloots, Morphological study of magnesium Hydroxide nanoparticles precipitated in dilute aqueous solution, *J. Cryst. Growth*, 249, 321 (2003)
5. Hua Gui, Xiaohong Zhang, Weif Dong, al. Flame retardant synergism of rubber and Mg(OH)₂ in EVA composites, *Polymer* **48**, 2537 (2007).
6. Xiatao Sun, Lan Xiang, Hydrothermal conversion of magnesium oxysulfate whiskers to magnesium hydroxide nanobelts, *Mater. Chem. Phys.* **109**, 381 (2008).
7. Xiang-Feng Wu, Guo-sheng Hu, Biao-Bing Wang, Yun-Feng Yang, Synthesis and characterization of superfine magnesium hydroxide with monodispersity, *J. Cryst. Growth*, **310**, 457 (2008).
8. Dongfeng Xue, Xiaoxing Yan, Lei Wang, Production of specific Mg(OH)₂ granules by monodifying crystallization conditions, *Powder Technol.*, **191**, 98 (2009).
9. Jianping Lv, Longzhen Qiu, Baojun Qu, Controlled growth of three morphological structures of magnesium hydroxide nanoparticles by wet precipitation method, *J. Cryst. Growth*, **267**, 676 (2004).
10. L. Xiang, F.liu, J.li, Y.Jin, Hydrothermal formation and characterization of magnesium oxysulfate whiskers, *Mater. Chem. Phys.* **87**, 424 (2004).
11. Zhongqing Wei, Hua Qi, Peihua Ma, Jiqing Bao, A new route to prepare magnesium oxide whisker, *Inorg. Chem. Commun.*, **5**, 147 (2002).

12. Yue Tao, Gao Shiyang, Zhu Lixia, Xia Shuping, Yu Kaibei, Crystal growth and crystal structure of magnesium oxysulfate $2\text{MgSO}_4 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, *J. Mol. Struct.* **616**, 247 (2002).
13. Jianming Wu, Hong Yan, Xuehu Zhang, Liqiao Wei, Xuguang Liu, Bingshe Xu, Magnesium hydroxide nanoparticles synthesized in water-in-oil micro-emulsions, *J. Colloid Interface Sci.* **324**, 167 (2008).
14. L. Xiang, F. Liu, J. Li, Y. Jin, Hydrothermal formation and characterization of magnesium oxysulfate whiskers, *Mater. Chem. Phys.* **87**, 424 (2004).
15. Xiaotao Sun, Lan Xiang, Hydrothermal conversion of magnesium oxysulfate whisker to magnesium hydroxide nanobelts, *Mater. Chem. Phys.* **109**, 381 (2008).
16. Zhengzhi Zhou, Yulin Deng, Solution synthesis of magnesium hydroxide sulfate hydrate nanobelts using sparingly soluble carbonate salts as supersaturation control agents, *J. Colloid Interface Sci.* **316**, 183 (2009).