수산화마그네슘의 합성과 솔비톨계 계면활성제를 이용한 표면개질

강국현·현미호·유건성¹⁾·이동규⁺

충북대학교 공과대학 공업화학과 ¹⁾국방기술품질원 (2014년 2월 10일 접수; 2014년 2월 21일 수정; 2014년 2월 25일 채택)

Synthesis of Magnesium Hydroxide and Surface Modification by Sorbitol Surfactants

Kuk-Hyoun Kang · Mi-Ho Hyun · Kun-Sung Ryu¹⁾ · Dong-Kyu Lee[†]

Department of Engineering Chemistry, Chungbuk National University Cheongju 361–763, Korea ¹⁾Defense Technology & Quality (Received February 10, 2014 ; Revised February 21, 2014 ; Accepted February 25, 2014)

요 약: 비이온계면활성제 가운데 솔비톨계 계면활성제인 Span을 이용해 수열합성법으로 수산화마그 네슘을 합성하였다. 수산화마그네슘 합성의 전구체는 염화마그네슘과 수산화나트륨을 사용하였다. 비이 온 계면활성제는 안정제와 분산제 그리고 표면 개질제로 적용하였다. 비이온 계면활성제를 첨가하였을 경우 수산화마그네슘 입자는 좀 더 작고 균일한 크기와 좋은 분산성을 나타내었으며, 소수성 성질을 나타내었다. 합성된 입자의 특성은 PSA, SEM, EDS, XRD 그리고 FT-IR을 통해 확인하였다. 기기 분석을 통해 개질 전과 후의 수산화마그네슘의 소수성, 분산성 특성을 비교하였다. 또한 실험조건에 따라 수 산화마그네슘 입자의 표면 개질 특성 변화를 확인하였다.

Abstract : Hydrophobic magnesium hydroxide [Mg(OH)₂] was modified by hydrothermal method using non-ionic sorbitol surfactant with Span series. Mganesium chloride [MgCl₂] and sodium hydroxide [NaOH] were used for synthesis of Mg(OH)₂. Also non-ionic surfactant were added as a stabilizer, dispersant and surface modifier. Addition of non-ionic surfactant was favourable to obtain small sized Mg(OH)₂ particles with better dispersibility and hydrophobic property of Mg(OH)₂ particles. The obtained product were characterized by particle size analysis(PSA), scanning electron microscope(SEM), energy dispersive spectroscopy(EDS), x-ray diffraction(XRD) and fourier transform infrared spectroscopy(FT-IR). The results show that the product are prepared with this method has a well hydrophobic properties and dispersity compared with unmodified Mg(OH)₂ particles. The improve properties of surface modified Mg(OH)₂ particles were also verified by similarity synthesizing under slightly different conditions.

[†]Corresponding author

⁽E-mail: dklee@cbnu.ac.kr)

Keywords : Magnesium Hydroxide, Surface Modification, Non-ion Surfactant, Flake, Hydrothermal Method

1. 서 론

수산화마그네슘은 인체에 무해한 무독성 무기 첨가제로 플라스틱, 고무 및 할로겐-프리 고분자 물질과 같은 많은 응용분야에서 열가소성 난연제, 합성고무, 기타 기능성재료의 첨가제 및 강화물질 로서 많은 주목을 받고 있으며, 이외에도 반도체 등의 응용분야에서 중요한 전구물질로서의 활용 성이 주목받고 있다[1-3].

수산화마그네슘은 난연제로서 요구되는 저발연 성, 저독성 및 탈할로겐화에 대한 요구를 충족시 키고는 있으나. 고분자와 혼합 시 60% 이상의 많은 양을 사용해야 하며, 일반적인 수산화마그네 슘의 표면은 친수성을 갖기 때문에 고분자내에서 분산에 적합하지 않다는 단점이 있다. 따라서 수 산화마그네슘을 가공 또는 적용 분야에 따라 표 면을 가공하는 연구가 진행되어야 한다[4-6]. 최 근 표면 개질에 대한 연구는 다음과 같이 활발히 진행되고 있다. Xiaotang Lv. 등은 수산화마그네 슘을 올레산을 이용해 개질하는 연구를 진행하였 으며[7], Hong Yan 등은 올레산과 폴리메틸메타 아크릴레이트 (PMMA)를 이용한 표면 개질 연구 를 진행하는 등 수지와의 우수한 상용성과 고분 산성을 갖는 수산화마그네슘에 대한 연구가 활발 히 진행되고 있다[8,9].

최근 연구되는 올레산과 같은 지방산을 이용한 표면개질은 가공이 쉬워 공업적으로 널리 적용 되며, 개질 특성 또한 가공비용에 비해 우수한 것으로 알려져 있다. 그러나 이를 이용해 합성된 입자는 노란색과 같은 유색을 나타내어 수산화마 그네슘의 고유의 색상인 백색을 이용하기 어렵고, 수지와 혼합시에도 유색을 나타내는 단점이 있어 이를 보완하고자 하는 연구들이 진행 중이다 [10,11].

본 연구에서는 염화마그네슘수화물과 수산화나 트륨을 이용하여 수열합성법으로 수산화마그네슘 합성과 동시에 비이온 계면활성제(Span)를 첨가 하는 방법으로 표면 처리하였다. 수산화마그네슘 의 입자에 분산성과 소수성을 부여하고 미립자를 얻기 위하여 반응조성비, pH, 반응시간 및 반응 온도 등의 조건을 조절하였다. 비이온 계면활성제 Span은 포도당을 환원하여 얻는 d-소르비톨의 지방산에스테르로서 본 연구에서는 안정제, 분산 제, 표면개질제로 사용되었다. 소수성을 띄는 고 분산성 미립자의 수산화마그네슘 합성을 주목적 으로 하며 입자의 형태, 결정성, 입도변화, 열적 특성, 고분자내 분산특성 및 색상특성을 확인하였 다.

2. 실 험

2.1. 실험 재료

표면 개질된 수산화마그네슘의 합성을 위해 사 용한 전구체는 마그네슘 원료로서 고순도의 magnesium chloride hexahydrate (MgCl₂·6H₂O, 99%, DC chemical Co., Ltd.(korea))를 사용하 였고, pH 조절과 수산기 제공을 위해 sodium hydroxide (NaOH, 98%, samchun pure chemical Co., Ltd.(korea))를 이용하였다. 수산화 마그네슘의 표면 처리를 위한 비이온 계면활성제 로는 sorbitan mono-oleate (C24H44O6, Span 80, samchun pure chemical Co. Ltd.(korea)), sorbitan mono-sterate (C24H46O6, Span 60, samchun pure chemical Co. Ltd.(korea)), sorbitan mono-palmitate (C22H42O6, Span 40, samchun pure chemical Co. Ltd.(korea)) 및 sorbitan mono-laurate (C18H34O6, Span 20, Junsei chemical Co. Ltd.(japan))로 솔비톨계 비 이온 계면활성제를 표면 개질제로 선정하여 연구 를 진행하였다.

2.2. 실험 방법

수열법에 의해 표면 개질된 수산화마그네슘 합 성의 개략적인 공정도를 Scheme 1에 나타내었다. 2 M의 염화마그네슘 용액 50 mL를 사구플라스 크에 정량한 뒤 마그네슘 이온과 계면활성제간의 안정화와 균일 분산을 위해 비이온 계면활성제를 1 ~ 10 mL 까지 변수로 하여 알카리 전구체보 다 먼저 넣어주고 약 10분간 교반하여 혼합한다. 용액이 균일하게 혼합되면 2 M의 수산화나트륨 용액을 천천히 적가하여 반응용액의 pH를 10 ~ 12 까지 조절한다. pH를 조절한 뒤 반응기의 교 반속도를 250rpm, 반응기의 온도는 60 ~ 100 ℃ 까지 가열하여 2 ~ 6시간을 변수로 반응 시 켜 준다. 반응이 종료된 후 증류수와 에탄올로 수회 세척한 뒤 60℃에서 24시간 건조하면 백색 의 수산화마그네슘 입자를 얻을 수 있다.



Scheme 1. Synthetic procedure of surface modified Mg(OH)₂ by hydrothermal method.

2.3. 분석

합성된 생성물의 특성 확인은 기기 분석적 방 법을 통해 수행되었다. 표면 개질된 수산화마그네 슘의 결정성 및 합성물의 확인을 위해 X선 회절 분석기 (XRD, Model D8 Discover with GADDS, Bruker AXS, USA)를 이용하여 분석하 였다. 생성물의 형상 및 입자크기는 주사전자현미 경 (FE-SEM, LEO-1530FE, Hitachi Co. Japan), 합성물의 기능기 분석과 표면 개질된 수 산화마그네슘의 특성 변화는 적외선 분광기 (FT-IR, 480plus, Jasco, Japan),를 이용하여 비 교하였다. 개질된 수산화마그네슘의 색상의 차이 를 확인하기 위해 CIE 값을 나타내주는 분광광도 계(Spectrophotometer, CM-2500C, Konica Minolta Sensing, INC., Japan)를 사용하여 비교 하고, 열분석기 (TG/DTA, SDT2960, TA Instruments, USA)로 온도 변화에 따른 중량의 변화를 측정하여 생성물의 열안정성을 확인하였

다. 원소분석기 (EDS, S-2500C, Hitachi Co., Japan)을 통해 구성 원소를 확인하고, 입도분석기 (PSA, Mastersizer 2000, Malvern, UK)를 이용 하여 반응 조건에 따른 입자 크기 변화를 관측하 였다. 샘플의 소수성 특성은 물과 액체파라핀에 분산하여 그 특성을 비교하였다[12].

3. 결과 및 고찰

3.1. XRD 분석

반응 조건에 의한 수산화마그네슘과 Span 계면 활성제를 이용해 반응을 진행한 샘플의 XRD 분 석 결과를 Fig. 1에 나타내었다. 각 샘플은 JCPDS card No. 7-239와 동일한 결정 결과를 갖으며, 반응 조건에 따라 결정 강도가 변화하는 것을 분석할 수 있었다[13]. (a)는 표면 처리를 하지 않은 수산화마그네슘으로 결정성이 높고, JCPDS 카드와 결과가 일치하는 것이 확인되었 다. 이의 결정성을 기준으로 Span을 이용해 표면 을 개질한 샘플과 특성을 비교해 보면 비이온 계 면활성제를 통해 표면처리를 진행한 샘플의 경우 피크의 결정 강도가 (a)에 비해 상대적으로 낮게 분석되었다. 그러나 입자의 결정 위치가 동일한 것으로 보아 생성 입자는 수산화마그네슘으로 그 특성은 변하지 않은 것으로 확인된다. 특히 (b) 샘플은 (c), (d), (e) 샘플보다 결정성이 높은 것 을 볼 수 있다. 이는 Span 80이 다른 샘플에 비 해 표면 처리 특성이 떨어져 나타나는 것으로 비 교할 수 있다. XRD 결정 강도 특성 비교를 통해



Fig. 1. XRD patterns of surface modified Mg(OH)₂. (a) Mg(OH)₂, (b) Span 80, (c) Span 60, (d) Span 40, (e) Span 20.



Fig. 2. SEM images of surface modified Mg(OH)₂. (a) Mg(OH)₂, (b) Span 80, (c) Span 60, (d) Span 40, (e) Span 20.

(c) Span 60, (d) Span 40 그리고 (e) Span 20을 이용해 표면을 처리할 경우 입자의 결정 강도가 낮아지는 것으로 보아 반응에서 비이온 계면활성 제가 수산기 이온이나 마그네슘 이온과 상호작용 하여 입자의 결정 성장을 저해하는 결과를 나타 내는 것으로 추측할 수 있다.

3.2. SEM 분석반응 조건에 의해 생성된 수산화마그네슘과 비

이온계면활성제를 이용해 표면 처리된 수산화마 그네슘의 SEM 분석결과를 Fig. 2에 나타내었다. (a)는 표면처리하지 않은 수산화마그네슘의 pH 11에서 반응한 생성물의 결과로 플레이크 형태로 수산화마그네슘이 생성된 것을 볼 수 있다. (b)는 Span 80을 첨가한 결과로 (a)와 같은 형태의 입 자 형상을 이루고 있으며, (c)는 Span 60을 이용 한 결과로 입자가 덩어리지고 응집된 것을 볼 수 있다. (d)와 (e)는 Span 40과 20으로 표면 처리 한 결과로 입자간 응집 형태가 (b)와 (c) 샘플에 비해 분산도가 높은 플레이크 형태의 입자가 형 성된 것을 확인할 수 있다. 따라서 계면활성제의 사슬의 길이가 길수록 입자간 응집이 일어나고, 입자 성장이 저해됨을 확인할 수 있으며, 이는 XRD 분석결과와 비교 시 일치하는 것을 볼 수 있다.

3.3. FT-IR 분석

적외선 분광기를 이용하여 합성된 수산화마그 네슘과 표면 개질된 수산화마그네슘의 분석 결과 를 Fig. 3에 나타내었다. (a)는 표면 처리되지 않 은 수산화마그네슘으로 3698 cm⁻¹의 날카로운 피크와 3447 cm⁻¹에서 분석된 넓은 피크는 표면 수에 의해 분석된 수산기의 결과이며, 1650 cm⁻¹ 과 1440 cm⁻¹에서 분석되는 피크는 마그네슘과 수산기의 신축진동에 의해 분석된 결과로 이외의 피크가 분석되지 않는 것으로 보아 순수한 수산 화마그네슘인 것이 확인된다. Span에 의해 표면 처리된 수산화마그네슘의 분석 결과를 (b), (c), (d) 그리고 (e)에 나타내었다. 표면 개질된 각 샘 플은 모두 동일한 위치의 피크를 갖는 것이 확인 되었다. 2920 cm⁻¹과 2850 cm⁻¹에서 Span에 의 한 -(CH)n-에 의한 피크로 확인되며, 1735 cm⁻¹는 C=O 에 의한 결합 피크이고, 1729 cm⁻¹ 는 -COOH에 의해 분석되는 결과이다. 또한 1270, 1241, 1196 그리고 1150 cm⁻¹에서 분석 된 피크는 C-O-C의 결함에 의해 측정된 결과이 다. 위의 분석 결과를 통해 Span으로 표면 처리



Fig. 3. FT-IR spectra of surface modified Mg(OH)₂. (a) Mg(OH)₂, (b) Span 80, (c) Span 60, (d) Span 40, (e) Span 20.

할 경우 수산화마그네슘의 수산기에 존재하는 H 가 제거되고, -COOH 그룹이나, -(CH)_n- 으로 치환되어 입자의 표면에 결합되는 것으로 볼 수 있다. 따라서 이러한 소수성 기능기들이 작용기로 남아 친수성의 수산화마그네슘이 소수성으로 개 질되었음이 확인되었다[14].

3.4. PSA 분석

생성입자의 계면활성제 처리에 따른 입자 크기 변화 특성을 확인하기 위한 PSA 분석 결과를 Fig. 4에 나타내었다. (a)는 표면처리하지 않은 수 산화마그네슘 입자의 분석 결과로서 비교적 입자 크기가 균일한 형태를 나타냄이 확인된다. (b)는 Span 80, (c)는 Span 60을 이용해 합성된 입자의 결과로, 입도 분포가 균일하지 않고, 입자 크기가 넓은 범위로 다분산된 것을 확인할 수 있는데, 이 는 입자가 응집되어 나타나는 결과로 볼 수 있다. (d)는 Span 40, (e)는 Span 20으로 처리된 수산 화마그네슘을 분석한 결과로서 (a)와 유사한 분석 결과를 나타내는 것을 볼 수 있다. SEM 결과와 비교 시 사슬의 길이가 긴 Span 60과 80은 표면 처리시 입자의 응집을 발생하는 것이 확인되며, 생성된 입자의 입도 분석결과와 일치함을 알 수 있다. 즉 표면 처리 시 사슬의 길이가 비교적 짧 은 Span 20과 40을 이용한 처리 방법이 입자의 크기에 영향을 덜 미치는 것을 알 수 있다. 이들 입자의 응집은 사슬과 사슬간의 상호작용이 사슬 의 길이가 길수록 미셀의 크기가 커져 계면활성 제가 혼합된 용액 내에서 입자 형성 시 짧은 사 슬을 갖는 계면활성제에 비해 응집되기 쉬워 이 러한 결과를 갖는 것으로 예상된다[15].



Fig. 4. PSA graphs of surface modified Mg(OH)₂.

3.5. 분광 광도계 분석

표면 처리된 입자의 색차 변화값을 측정한 결 과를 Table 1에 나타내었다. 일반적으로 수산화 마그네슘은 백색의 입자를 나타내며, 일반적으로 백색을 갖는 수산화마그네슘을 표면 개질제로 많 이 사용되는 올레산으로 처리할 경우 노란색의 입자 특성을 갖는다. 올레산으로 표면 처리된 수 산화마그네슘의 경우 고분자 수지와 혼합성은 높 으나, 유색을 나타내어 이를 개선하기 위해 다양 한 연구가 진행되고 있다. 따라서 본 연구는 Span 계면활성제를 표면개질제로 선택하고, 이의 색차값 측정을 통해 색상을 비교하였다. 특히 백 색도는 명도인 L값으로 비교하며 이 값이 높을 경우는 흰색이며 낮을 경우는 검은색을 나타낸다 [16].

현재 판매중인 수산화마그네슘 가운데 I® 샘플 을 실험에서 백색의 기준값으로 정하였다. 이 샘 플은 L 값이 94.12로 측정되며, pH 11에서 합성 된 합성 수산화마그네슘은 L 값이 96.12로 시판 중인 수산화마그네슘에 비해 백색 수치가 높은 값을 갖는다. 이는 I[®] 샘플이 합성 샘플에 비해 불순물이 섞여있어 상대적으로 낮은 값을 나타내 는 것으로 확인할 수 있다. Span 80과 60 으로 표면 처리된 수산화마그네슘은 각각 93.90, 92.34로 시판중인][®] 샘플보다도 수치가 낮게 측 정되어 백색도가 떨어지는 것을 볼 수 있다. 그 러나 Span 40과 20으로 처리한 샘플은 각각 94.60, 94.91의 값으로 합성 수산화마그네슘보다 는 백색도가 낮으나 시판중인 J® 샘플과 거의 같 은 수치를 나타내어 표면처리가 되었음에도 백색 도를 유지하는 것을 분석할 수 있었다. 이를 통 해 계면활성제의 사슬이 길어질 경우 백색도가 낮아지고, 사슬이 짧은 경우 백색도가 유지됨을 확인할 수 있다.

3.6. TG 분석

표면 처리되지 않은 수산화마그네슘과 Span 20을 통해 표면 처리된 수산화마그네슘의 시간에 따른 열분해 결과를 Fig. 5에 나타내었다. (a)는 MS-1 결과로서 336.90 ℃에서 열 분해가 시작 되어 수산기가 물로 전환되어 중량감소가 일어나 며 372.53 ℃에서 산화마그네슘으로 최종 분해가 되는 것을 볼 수 있다. 이 때의 중량 감소율은 31.34 %로 확인되며, 이론적 중량 감소율과 거의 일치하는 것을 볼 수 있다. (b)는 MS-5의 결과 로서 (a)와 달리 초기 242.20 ℃에서 분해가 일 어난 후 343.3 ℃에서 분해가 일어나는 것을 볼 수 있다. 초기 240 ℃ 부근의 중량 감소는 계면 활성제인 Span 20의 분해에 의해 나타나는 것을 추측할 수 있었고, 343.3 ℃에서부터 383.05 ℃ 에서 일어나는 분해는 수산기에 의한 열분해 곡 선임을 확인할 수 있다. 합성물 모두 머크인덱스 에 등록된 천연 수산화마그네슘 광물의 분해온도 에 비해 높은 열 분해 온도를 갖는 것을 볼 수 있다.

3.7. EDS 분석

원소분석에 의한 수산화마그네슘과 표면 개질 된 샘플의 결과를 Fig. 6에 나타내었다. (a)는 pH 11에서 합성된 수산화마그네슘의 결과로 불 순물 없는 순수한 수산화마그네슘의 함량이 확인 된다. (b)는 Span 20에 의해 표면 개질된 수산화 마그네슘의 분석결과로 표면 개질제인 비이온 계 면활성제의 의해 탄소의 함량이 증가된 것을 확

Table 1. CIE Value of Surface Modified Mg(OH)₂ by Different Condition

Sample	Group	CIE Value (D65)		
(Mg(OH) ₂)	traits	L	а	b
J®	White	94.12	-0.19	5.18
pH 11		96.12	-0.94	0.31
Span 80		93.90	0.05	4.44
Span 60		92.34	-0.01	4.96
Span 40		94.60	0	3.02
Span 20		94.91	-0.02	4.05

인할 수 있다.



Fig. 5. TG curves of surface modified Mg(OH)₂.

3.8. 분산 안정성

고분자내 분산 안정성을 확인하기 위해 합성된 수산화마그네슘을 증류수와 액체 파라핀에 분산 한 뒤 이의 침전 특성을 비교한 실험 사진을 Fig. 7에 나타내었다[17]. (a)는 증류수에 입자를 분산 한 결과로 표면 처리되지 않은 수산화마그네슘은 물에 가라앉고 분산되는 반면 표면 처리된 입자 는 모두 물 위에 떠있는 것을 볼 수 있다. (b)는 액체 파라핀에 분산한 결과로 표면처리 하지 않 은 수산화마그네슘은 입자가 응집되고, 바닥에 가 라앉는 것을 볼 수 있어 증류수에 처리한 실험과 의 차이점을 보여준다. 반면 표면 처리된 입자들 은 쉽게 가라앉지 않고 천천히 파라핀 내에 분산 되며 침전이 일어나는 것을 볼 수 있다. 따라서 비이온 계면활성제인 Span으로 표면 처리를 진행 한 결과 입자의 표면이 소수 특성을 띄어 액체파 라핀에는 분산이 일어남을 알 수 있고, 이를 통 해 고분자나 유기 용매에 잘 분산될 가능성이 높 을 것으로 예측할 수 있다.

4. 결 론

본 연구는 수열법을 이용하여 수산화마그네슘 을 제조하고, 이를 비이온계면활성제인 Span을 이용하여 표면 개질된 수산화마그네슘을 합성하 였다. 표면처리하지 않은 수산화마그네슘과 표면 처리된 수산화마그네슘의 특성을 기기분석을 통 해 비교하였으며, 비이온 계면활성제중 Span 계 열에 따른 표면 처리 특성을 파악하고 다음과 같 은 결론은 얻을 수 있었다.

- 수산화마그네슘의 표면 개질을 위한 개질제로 는 Span 계열을 이용하여 표면을 개질할 수 있었고, 생성된 입자는 전형적인 플레이크 형 태로 대략 2 ~ 5 (m 크기를 나타내며, 이때 계면활성제의 사슬의 길이가 길어질수록 입자 응집이 증가되었다.
- 색차 분석 결과 상업적 수산화마그네슘의 명 도는 94.12이며, 합성된 샘플은 96.12로 높은 백색도를 갖는 것이 확인되며, 이 때 비이온 계면활성제로 표면 개질한 수산화마그네슘 또한 약 93 ~ 95의 명도값을 나타내 개질 후에도 백색도를 유지하여 유색의 표면 처리 된 수산화마그네슘의 단점을 보완할 수 있을 것으로 예측할 수 있었다.



Fig. 6. EDS spectra of surface modified Mg(OH)₂. (a) Mg(OH)₂ (b) surface modified Mg(OH)₂.



Fig. 7. Sedimentation phenomenon of surface modified Mg(OH)₂. in water(a) and liquid paraffin(b).

- 비이온 계면활성제중 사슬이 가장 짧은 Span 20의 표면 개질 특성과 입자 형성특성이 가장 우수하였으며, 이 때 합성의 최적 조건은 pH 11, 80 ℃, 4시간 반응에 2 ~ 5 mL의 계면 활성제를 첨가했을 때이다.
- 액체파라핀에서의 침전 특성 확인결과 표면처 리된 수산화마그네슘은 입자가 응집되지 않고, 분산되는 것이 확인되며, 이를 통해 유기물질 및 고분자와의 혼합성을 향상시킬 수 있을 것 으로 예측된다.

감사의 글

이 논문은 2013학년도 충북대학교 연구년제 지원에 의하여 연구되었음 (This work was conducted during the research year of Chungbuk National University in 2013)

References

1. G. Hua, Z. Xiao and D. Wei, "Flame Retardant Synergism of Rubber and Mg(OH)₂ in EVA Composites", *Polymer*, 48, 2537 (2007).

- C. Henrist, J. P. Mathieu and C. Vogels, et al., "Morphological Study of Magnesium Hydroxide Nanoparticles Precipitated in Dilute Aqueous Solution", *J. Cryst. Growth*, 249, 321 (2003).
- K. H. Kang, D. K. Lee, "Synthesis and Characteristics of Magnesium Hydroxide using Microwave", *Korean J. Met. Mater.*, 51, 77 (2012).
- Lv. Jingping, Qiu. Longzhen and Qu. Baojin, "Controlled Synthesis of Magnesium Hydroxide Nanoparticles with Different Morphological Structures and Related Properties in Flame Retardant Ethylene– Vinyl Acetate Blends", *Nanotechnology*, 15, 1576 (2004).
- C. Sanchez, B. Julian, P. Belleville and M. Popall, "Applications of Hybrid Organic – Inorganic Nanocomposites", *J. Mater. Chem.*, 15, 3559 (2005).
- 6. K. H. Kang, D. K. Lee, "Synthesis of magnesium oxysulfate whiskers using triethanolamine as a morphology control

agent", *J. Ind. Eng. Chem.*, xx, xxx (2013).

- IV. Xiaotang, Hari-Bala, Li. Minggang, Ma. Xiaokun, Ma. Shanshan, Ye Gao, Lanqin Tang, Jingzhe Zhao, Yupeng Guo, Xu Zhao and Zichen Wang, "In situ Synthesis of Nanolamellas of Hydrophobic Magnesium Hydroxide", *Colloids Surf., A*, 296, 97 (2007).
- 8. Hong Yan, Xue-Hu Zhang, Li-qiao Wei, Xu-Guang Liu, Bing-she Xu, "Hydrophobic magnesium hydroxide nanoparticles via oleic acid and poly(methyl methacrylate)-grafting surface modification", Powder Technol., 193, 125 (2009).
- H. Y. Lee, K. H. Kang, D. K. Lee, "Synthesis and Surface Modification of Magnesium Hydroxide by Hydrothermal Method", *J. of Korean Oil Chemists' Soc.*, 29, 149 (2012).
- F. Mammeri, E. L. Bourhis, L. Rozes, C. Sanchez, "Mechanical properties of hybrid organic-inorganic nanocomposites", *J. Mater. Chem.*, 15, 3787 (2005).
- A. Durin-France, L. Ferry, J.M. Lopez Cuesta, A Crespy, "Magnesium hydroxide/zinc borate/talc compositions as flame-retardants in EVA copolymer", *Polym. Int.*, 49, 1101 (2002).

- K. H. Kang, J. H. Lee, D. K. Lee, "Synthesis and Characteristics of Magnesium Hydroxide Group Flame Retardant for Polymer Additives", *J. of the Korean Oil Chemists' Soc.*, 26, 385 (2009).
- K. H. Kang, S. I. Jeong, D. K. Lee, "Shape Changes of Mg(OH)₂ with Different Magnesium Precursors in Low Temperature", *J. of the Korea Academia–Industrial Cooperation Society*, 14, 2049 (2013).
- D. An, L. Wang, Y. Zheng, S. Guan, Y. Tian, Z. Wang, Y. Liu, "Un situ preparation and surface modification of magneisum hydroxide nanoparticles", *Collodis Surf. A*, 348, 9 (2009).
- K. S. Sharma, P. A. Hassan, A. K. Rakshit, "Self aggregation of binary surfactant mixtures of a cationic dimeric(gemini) surfactant with nonionic surfactants in aqueous medium", *Colloids* and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, 289, 17 (2006).
- G. S. Lee, K. H. Kang, J. H. Lee, D. K. Lee, "Preparation and Chrominance of Metal Oxide Coated Titania/Mica Pearlescent Pigment", *J. of the Korean Oil Chemists' Soc.*, 30, 1125 (2013).
- C. Li, G. Li, S. Liu, J. Bai, A. Zhang. "Spherical hydroxyapatite with colloidal stability prepared in aqueous solutions containing polymer/surfactant pair", *Colloids Surf. A*, 366, 27 (2010).