

Aminoalkyl-bis-phosphonic acid 유도체의 연소특성

진의 · 정의형 · 안성준 · 오정규 · 정영진*

강원대학교 소방방재연구센터 · *강원대학교 소방방재공학과

요 약

새로운 알킬렌디아미노알킬-비스-포스포닉산 유도체인 3종을 합성하고, 그들의 연소특성을 측정하였다. 알킬렌디아민 및 알데히드에 아인산을 첨가하여 한 단계로 반응시켜 91.3~97.3%의 수득률을 얻었다. 연소특성은 육송에 화합물을 도포한 후 콘칼로리미터(ISO 5660-1)를 이용하여 측정하였다. Heat flux는 25kW로 고정하였다. 시험결과 착화시간은 육송에 비해 51s~83s 정도 지연되었으며 착화시간이 지연 될수록 최대 열방출율이 증가하는 경향을 나타내었다.

1. 서 론

건축 내장재로 사용되는 목재나 플라스틱 제품에 의한 화재는 화염에 의한 피해보다는 맹독성 가스에 의한 인명 피해가 주를 이루고 있다. 이러한 내장재의 연소는 고분자 자체의 개질을 통해 내열성을 향상시키거나 또는 난연제를 첨가하여 가연성 고분자에 난연성을 부여하는 방법 등 여러 가지 방법들이 있다[1-2]. 이러한 난연제는 원재료가 첨가물과의 혼화성이 좋아야 하고, 제품의 기계적인 성질에 영향을 주지 않아야 하며, 연소 시 발연 및 독성 가스의 발생이 적어야 한다. 종래의 인 화합물을 포함하는 난연성 수지 조성물들은 여러 조성을 결합하여 난연성을 개선하는 것으로 인 화합물에 특정 치환기를 도입하여 방염 특성을 부여할 경우의 내구성과 열안정성, 소재에 대한 친화성을 동시에 구현하는 기술로서는 아직 미흡한 점이 있어 개선의 여지가 많았다. 이러한 문제점을 해결하기 위하여, 내열성, 소재와의 친화성이 뛰어난 형태의 효율 높은 감연성을 제공하기 위해, 인 화합물에 질소 화합물과 수산기를 도입하여 그들의 시너지 효과를 통해 이러한 문제점을 해결할 수 있다고 판단하였다.

본 연구에서는 2개의 인산구조에 2개의 아미노기를 갖는 새로운 알킬렌디아미노알킬-비스-포스핀산 유도체들을 합성하고, 콘칼로리미터(ISO 5660-1)를 이용하여 연소특성을 평가하였다.

2. 실험

2.1 시약 및 재료

Formaldehyde(36~38%)는 Showa, HCl은 Junsei 제품을 정제 없이 사용하였으며 2-methylpiperazine), N,N-dimethylenediamine, dimethylphosphite는 Aldrich, H₃PO₂(50%) 용액, piperazine, H₃PO₃ 시약들은 Dae Jung사의 제품을 사용하였다. 모든 시약은 특급 또는 1급 시약을 사용하였다.

2.2 구조 분석

생성물의 화학적 구조를 확인하기 위하여 적외선 흡수분광분석기(Bruker FT-IR (Vertex

70))를 이용하여 흡수과수(cm^{-1})를 측정하였고, ^1H 핵자기공명분광분석은 JEOL FT-NMR 300 M을 사용하여 TMS에 대한 델타(δ) 값으로 보고하였다.

2.3 연소특성

콘칼로리미터 실험은 ISO 5660-1에 따라 실험을 실시하였고 육송 10mm 시편을 100mm x 100mm($-\text{o}_2$ mm) 정사각형으로 준비하여 사용하였다. 시료는 수평으로 설치하고 heat flux는 25kW/m^2 로 고정하였으며 착화된 시료로부터 열방출율 및 연기관련 지수를 구하였다.

3. 결과 및 고찰

Table 1. Analytical and spectral data of alkylenediaminoalkyl-bis-phosphonic acids and piperazinomethyl-bis-phosphonic acid derivatives

compound	^1H NMR (ppm in D_2O)	FT-IR(cm^{-1}) (neat)
DMEDAP	δ 2.5 (t, 6H), δ 2.8 (m, 4H), δ 3.3 (m, 4H)	P(O)-OH 2678, 2309, 1631, P-CH ₂ 1466, P=O 1130
PIPEABP	δ 2.9 (m, 8H), δ 3.4 (m, 4H)	P(O)-OH 2697, 2324, 1632, P-CH ₂ 1458, P=O 1140
MPIPEABP	δ 1.3 (m, 3H), δ 2.8 (m, 7H), δ 3.6 (m, 4H)	P(O)-OH 2683, 2454, 1636, P-CH ₂ 1460, P=O 1164

Table 2. Combustion properties of compounds coated on Land carriage.

Samples	T_i (s)	T_f (s)	$\text{HRR}_{(\text{peak})}$ (kW/m^2)	THR(MJ/m^2)
Blank(육송)	65	459	170.34	67.7
DMEDAP	116	532	156.80	67.5
PIPEABP	148	633	182.09	75.7
MPIPEABP	124	529	170.52	53.5

4. 결 론

새로운 알킬렌디아미노알킬-비스-포스폰산 유도체들을 합성하여 연소특성을 측정한 결과 다음과 같은 결과를 얻었다. 첫째 PIPEABP가 착화지연효과가 가장 큰 화합물로 나타났으며 둘째, 착화시간이 빠를수록 최대열방출율이 작아지는 경향성을 얻었다.

참 고 문 헌

1. G. L. Nelson, "Fire and Polymers", American Chemical Society, Washington DC.(1990).
2. M. Lewis, S. M. Altas, and E. M. Pearce, "Flame-Retardant Polymer Materials", Plenum Press, New York(1975).