

# Borax 및 Boric Acid에 의한 면직물의 일시적 방염 가공

## Non-durable Flame Retardant Finish of Cotton Fabric by Borax and Boric Acid

中央大 師大 家政教育學科

부교수 남 상 우

Dept. of Home Economics Education, Chung Ang Univ.

Associated Prof.; Sang Woo Nam

<목 차>	
I. 서 론	따른 방염성 변화와 상승 효과
II. 실험	2. Borax/Boric acid 처리 직물의 열적 성질
1. 시 료	3. 기타 실험 및 사용 조건
2. 방염제	IV. 결 론
3. 실험 방법	참고문헌
III. 실험 결과 및 고찰	
1. Borax와 Boric acid의 농도에	

### <Abstract>

Non-durable flame retardant finish, borax/boric acid mixed solution, was applied to cotton fabric with pad-dry method.

The LOI (limited oxygen index) was measured as the measure of the flame retardant effect. The TGA was investigated to know the thermal behaviour of the samples.

In addition, the solubility of the solutions was investigated.

The results were as follows:

- 1) There was a synergism of flame retardant effect in the borax/boric acid mixed solution treatment and the maximum synergism was shown around the ratio of 7 : 3
- 2) After the borax/boric acid solution treatment, the degradation temperature was lowered and degraded at the larger temp range with slower rate. The residual char length also increased.
- 3) The solubility of borax/boric acid become higher when the ratio of borax/boric acid became similar. Compositions from 80/20 to 40/60 borax/boric acid mixtures were solubilized well in room temperature or warmwater therefor there was no problem for home use.

### I. 서 론

섬유제품의 방염화에 대한 선진 외국의 법적 규

제는 점점 강화되어 왔고 그 범위도 확대되어 왔으며<sup>1~3)</sup>, 국내에서도 점차 규제가 강화되고 있는 실정이다.

섬유소 섬유제품에 대해서도 50회 이상의 세탁

에 방염성이 유지될 수 있을 정도의 내세탁성이 요구되고 있다.

방염 가공은 내구성에 따라 일시적 방염 가공(Non-durable flame retardant finish), 준 내구성 방염 가공(Semi-durable flame retardant finish) 및 내구성 방염 가공(Durable flame retardant finish)으로 나눌 수 있는데, 근래의 방염 가공 연구는 한 번의 가공으로 그 효과가 지속되는 내구성 방염 가공에 집중되어 왔다.

그러나 현재 사용되고 있는 대부분의 섬유소 섬유제품들이 방염 처리되어 있지 않은 데 비해, 내구성 방염 가공을 위해서는 열처리 등을 위한 특수한 장치가 필요하여, 일반 가정에서는 이들 제품에 내구적 방염성을 부여하기가 어렵다.

따라서 세탁 후의 간단한 행굼과 건조에 의하여 방염성을 얻을 수 있는 일시적 방염 가공이 일반 가정에서 기존의 섬유소 섬유제품에 방염성을 부여하는 데 적합하다.

일시적 방염제로는 Borax, Boric acid, Diammonium phosphate, Urea, Antimony compound 등의 여러 수용성 약제가 사용되고 있다<sup>4,5)</sup>.

본 연구에서는 Borax와 Boric acid를 사용하여 이들 약제의 농도와 혼합 비율에 따른 섬유소 섬유의 방염성의 변화와 실용성 여부를 검토해 보았다.

## II. 실험

### 1. 시 료

정련 표백한 면직물을 사용하였으며, 그 특성은 Table 1과 같다.

### 2. 방염제

Borax, Boric acid는 1급 시약을 사용하였다.

### 3. 실험 방법

#### 1) 시료 및 처리액의 준비

시료는 각각 30cm×50cm로 잘라(19±1g) 사용하였다. 처리액은 15.0%, 12.5%, 10.0%, 7.5%의 4가지 농도로 하였으며, 각 농도에서 Borax/Boric acid 혼합비율을 100/0, 80/20, 60/40, 40/

Table 1. Characteristics of fabric

Material	cotton 100%
Weave	plain
Yarn number	40Ne×22.4Ne
Fabric count (ends×picks/5cm)	220×130

60, 20/80, 0/100의 6가지로 하여 모두 24가지 액을 만들어 실험하였다.

#### 2) Padding 및 건조

위에서 준비된 처리액을 padder(일본 야마구찌 제 YN-450)로 2번 padding하여 wet pick-up이 68±2% 정도로 되게 한 후, 열처리기(일본 대영과학정기주식회사제 Baking Testing Apparatus Pintenter Type Model DK-5E)로 110±2°C에서 150초간 건조하였다.

#### 3) 한계 산소 지수(Limiting oxygen index, LOI)의 측정

산소 지수식 연소성 시험기(일본 Suga 시험기 주식회사제 Model ON-1)를 사용하여 ASTM D-2863-70의 방법으로 측정하였다.

4) TGA (Thermogravimetric Analysis) 분석  
방염 처리 및 미처리 직물을 TG 분석기(일본 Shimadzu 제 DT-30B)로 1기압 공기 중에서, 20°C/min의 가열 속도로 측정하였다.

#### 5) 용해도 측정

각 처리액마다 용해 온도 상승에 따른 용해 여부와 용해에 걸리는 시간을 측정하였다.

## III. 실험결과 및 고찰

### 1. Borax와 Boric acid의 농도에 따른 방염성 변화와 상승 효과

각 농도에 있어서 Borax와 Boric acid의 혼합 비율에 따른 한계 산소 지수의 변화는 Fig. 1과 같다.

Fig. 1로부터 최대 상승 효과를 나타내는 Borax/Boric acid의 비율이 존재함을 알 수 있으며, 그 비는 대략 7:3 정도임을 알 수 있다.

한편 농도가 높을 때는 상승 효과도 크나, 농도가 낮아짐에 따라 상승 효과도 작아지는 경향을

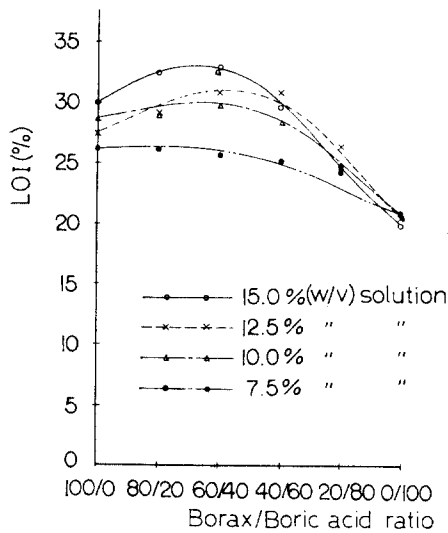


Fig. 1. LOI value after treatment

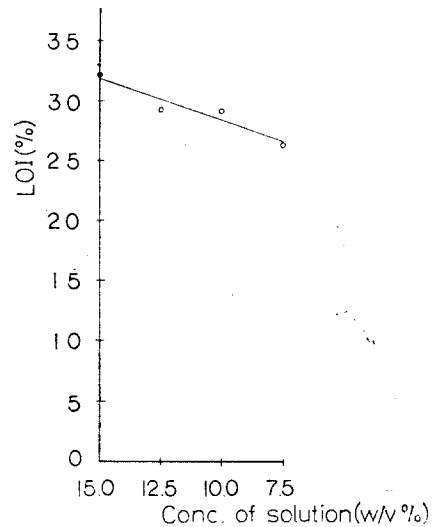


Fig. 3. LOI value after 80/20 solution treatment

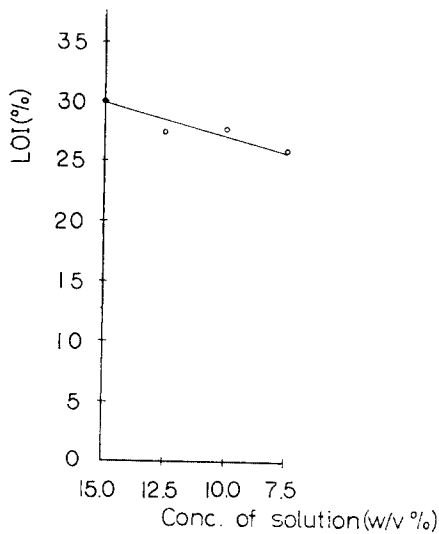


Fig. 2. LOI value after 100/0 solution treatment

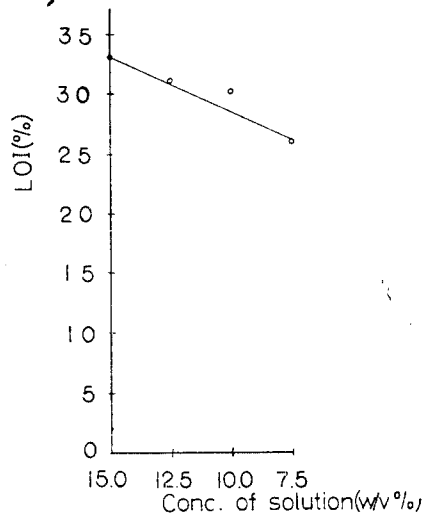


Fig. 4. LOI value after 60/40 solution treatment

보이고 있다.

Fig. 2~7 은 각 혼합 비율에 있어서의 농도에 따르는 한계 산소 지수 변화를 나타낸 것으로서, 농도의 감소에 따라 한계 산소 지수가 감소함을 보인다. 최대 상승 효과를 보이는 7:3의 비율 부근에서는 한계 산소 지수의 감소가 급격하며,

Borax 나 Boric acid 단독 사용시의 한계 산소 지수의 감소는 그 기울기가 완만하거나 미미함을 알 수 있다.

일반적으로 한계 산소 지수는 매우 예민하며, 재 현성이 높고, 시료의 dimension 이나 형태에 관

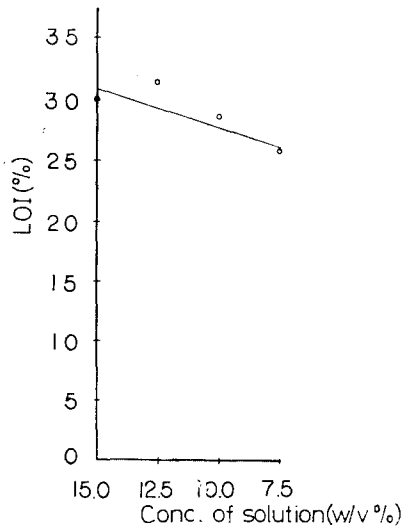


Fig. 5. LOI value after 40/60 solution treatment

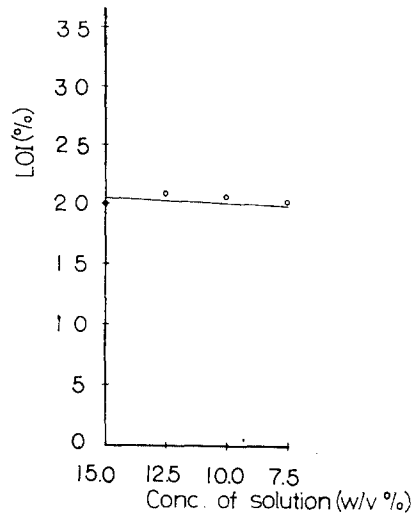


Fig. 7. LOI value after 0/100 solution treatment

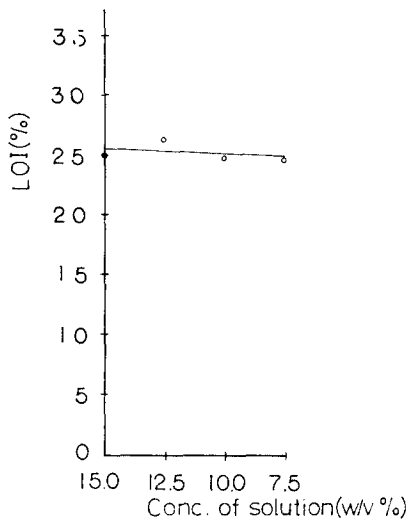


Fig. 6. LOI value after 20/80 solution treatment

런이 매우 작은 것으로 알려져 있으며, 화염 전파 속도에 대한 정보를 알려 주지는 않으나 섬유소 섬유 직물에 대해서는 다른 방염성 측정 방법에 비해 훨씬 민감하게 방염성의 정도를 나타내 준다.

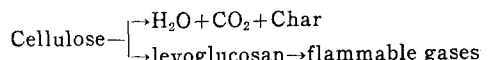
직물은 한계 산소 지수 27 이상일 때 방염성을 가지면서 수직 시험법을 통과한다<sup>6)</sup>. 따라서, Borax와 Boric acid를 사용한 방염 처리시에는 7 : 3 정도의 혼합 비율과 10% 이상의 농도일 경우 만족한 결과를 얻을 수 있다.

## 2. Borax/Boric acid 처리 직물의 열적 성질

Fig. 8은 Borax/Boric acid 미처리 직물과 본 실험에서 가장 높은 LOI 값을 나타낸 15%, 60/40 용액처리 시료의 TGA 곡선을 비교한 것이다.

150°C까지는 수분의 증발에 의한 무게 감소를 나타내며, 320~370°C의 급격한 무게 감소는 섬유소 섬유의 분해에 의한 결과이다. 400°C 이후의 완만한 무게 감소는 잔류 char와 O<sub>2</sub>의 결합에 의한 감소로 추측된다.

섬유소 섬유는 주로 다음의 두 가지 경로 중 하나를 거쳐 분해된다<sup>7)</sup>.



levoglucosan은 cellulose의 1,4-glucose 결합을 절단하여 형성되는 1-6-anhydro-β-D-glucopyranose로서, 쉽게 열분해 산화되며 이의 생

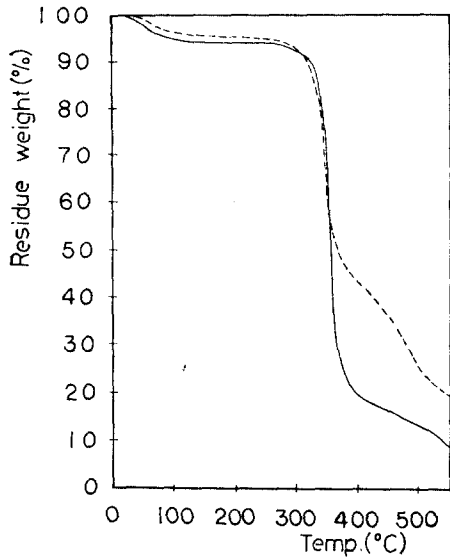


Fig. 8. TGA curve of  
 (—) nontreated fabric  
 (.....) 15.0% 60/40 solution treated fabric

성 속도는 cellulose 분해 속도를 결정하게 된다<sup>8~10)</sup>.

Cellulose 가 H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub> 등의 비가연성 gas 로

분해될 경우, 가연성 gas 의 발생이 감소되어 분해가 중단되며 이 때 char 의 생성이 많아진다.

따라서 cellulose 의 분해 속도를 낮추기 위해서는 levoglucosan 의 발생을 억제시키고 char 의 생성이 잘 되도록 해야 한다. Borax 와 Boric acid 는 Lewis acid 로 작용하여 cellulose 와 borate ester 를 형성하여 탈수작용을 하며, char 의 생성을 촉진한다<sup>11)</sup>.

본 실험에서 분해의 종료 온도는 큰 차이를 나타내지 않는 반면 (Table 3), 분해의 시작 온도는 농도가 높아지고 Borax 의 비율이 높아질수록 낮아진다 (Table 2). 따라서 분해의 온도 범위도 농도가 높아지고 Borax 의 비율이 높아질수록 증가한다 (Table 4). 또한 Borax 의 비율이 높아질수록 분해량이 감소함을 보이고 있다 (Table 5).

이러한 실험 결과는 다음의 방염 기구에도 잘 부합된다.

Borax 와 Boric acid 의 주요한 방염 작용은 섬유소 섬유 표면에 막을 형성하여 공기와의 접촉을 차단함으로써 이루어진다고 주장되고 있다.

Boric acid 및 그 수화물은 융점이 낮으며 단계적으로 탈수가 발생한다.

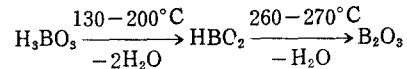


Table 2. Starting temp. of degradation (°C)

Borax/Boric acid Conc	100/0	80/20	60/40	40/60	20/80	0/100
15.0% W/V	328	330	330	332	337	338
12.5% W/V	325	330	331	334	338	337
10.0% W/V	330	334	337	334	338	338
7.5% W/V	333	330	336	338	341	339

nontreated fabric : 346

Table 3. End temp. of degradation (°C)

Borax/Boric acid Conc	100/0	80/20	60/40	40/60	20/80	0/100
15.0% W/V	362	363	360	359	353	356
12.5% W/V	356	356	360	361	363	354
10.0% W/V	359	370	365	360	360	356
7.5% W/V	363	358	361	362	362	359

nontreated fabric : 368

Table 4. Temp range of degradation (°C)

Borax/Boric acid Conc	100/0	80/20	60/40	40/60	20/80	0/100
15.0% W/V	34	33	30	27	16	18
12.5% W/V	31	26	29	27	25	17
10.0% W/V	29	36	28	26	22	18
7.5% W/V	26	28	25	24	21	20

nontreated fabric : 22

Table 5. The amount degraded (%)

Borax/Boric acid Conc	100/0	80/20	60/40	40/60	20/80	0/100
15.0% W/V	41.0	42.0	45.0	45.0	52.0	57.5
12.5% W/V	45.0	47.0	46.0	47.5	50.0	54.0
10.0% W/V	43.5	52.0	46.0	47.0	51.5	55.5
7.5% W/V	45.5	47.5	49.5	51.5	51.5	60.0

nontreated fabric : 73

Boron oxide 는 325°C 에서 연화되나, 500°C 이 상에서 용융, 유동 상태가 된다.

Borax 는 가열에 의해 자체 결정수에 용해되며 거품 상태가 되었다가 맑은 용융액으로 된다.

Borax/Boric acid 혼합물은 결정화 되지 않고 열에 의해 유리화 같은 막을 형성하여 섬유소 섬유에 고르게 부착된다. 80~200°C 에서 혼합물로부터 수증기가 발생하여 섬유 표면을 팽윤시키고,

표면에 형성된 고른 막이 섬유소 섬유의 분해에 따라 굳어지며, 막은 500°C 에서도 안정한 것으로 추측되고 있다<sup>12)</sup>.

이러한 막의 형성에 의해 섬유소 섬유가 공기와 직접 접촉하는 것이 차단되고 열의 전달이 지연되어 분해 속도가 늦어지게 된다고 한다.

그러나 섬유소 섬유에 대한 Borax/Boric acid 의 방열 기구가 모두 밝혀진 것은 아니며, 앞으로

Table 6. Average rate of degradation (%/°C)

Borax/Boric acid Conc	100/0	80/20	60/40	40/60	20/80	0/100
15.0% W/V	1.21	1.27	1.50	1.67	3.25	3.19
12.5% W/V	1.45	1.81	1.59	1.76	2.00	3.18
10.0% W/V	1.50	1.44	1.64	1.81	2.34	3.06
7.5% W/V	1.75	1.70	1.98	2.15	2.45	3.00

nontreated fabric : 3.32

Table 7. Residue at the end of degradation (%)

Borax/Boric acid Conc	100/0	80/20	60/40	40/60	20/80	0/100
15.0% W/V	48.0	50.5	49.0	48.5	41.5	34.0
12.5% W/V	48.5	46.5	47.0	45.0	42.0	38.0
10.0% W/V	48.5	38.0	45.5	45.5	41.0	37.0
7.5% W/V	47.0	47.0	44.0	43.0	43.0	34.0

nontreated fabric : 21.0

Table 8. Residue at 500°C (%)

Borax/Boric acid Conc	100/0	80/20	60/40	40/60	20/80	0/100
15.0% W/V	30	33	26	26	16	18
12.5% W/V	23	23	27	25	24	24
10.0% W/V	28	18	25	27	23	21
7.5% W/V	28	24	23	23	25	19

nontreated fabric : 13

더 연구되어야 할 것이다.

Borax/Boric acid 7:3 혼합액에서 방염성이 가장 높은 실험 결과로부터 그 혼합 비율에서 막의 형성이 가장 효율적인 것으로 사려된다.

본 실험에서 평균 분해 속도는 처리액의 농도가 높아질수록 Borax/Boric acid 혼합 비율이 7:3에 가까워질수록 작아짐을 보이고 있다(Table 6).

분해 종료시의 residue는 처리액의 농도가 높아질수록 Borax/Boric acid의 혼합 비율이 7:3 부근에 가까워질수록 커짐을 보이고 있다(Table 7).

분해 종료 이후의 무게 감소는 잔류 char의 증발에 의한 것으로 사려되는 데 500°C에서의 residue도 미처리 직물은 5%이나 15%, 80/20 처리 시료의 경우 33%로서, Borax/Boric acid에 의한 Char 생성 촉진 및 생성막에 의한 분해 지연 효과를 알 수 있다(Table 8).

### 3. 기타 실험 및 사용 조건

상온에서 Borax의 용해도는 4.7g/100ml, Boric acid의 용해도는 3.992g/100ml로서 7.5%, 60/40 용액의 경우 두 약제의 양이 용해도값 이하이므로 상온 용해하였다. 그외의 용액의 경우 승온 용해하였다. 80/20, 60/40, 40/60의 용액은 모두 50°C에서 5~10분 내에 용해하였으며 따라서 일반 가정에서 따뜻한 물에 약제를 녹여 처리하는 데는 문제가 없다.

한편, 15.0% 100/0, 15.0%, 0/100 등의 농도가 높은 용액으로 처리 후 시료를 건조할 경우 약제가 약간 묻어 나지만, 80/20, 60/40, 40/60 등의 용액에서는 거의 묻어 나지 않아서 사용상에 큰 문제를 주지 않을 것으로 사려된다. 이 문제는 일시적 방염 가공의 단점이며, 완벽한 해결을 위

한 연구가 계속되어야 한다고 생각한다.

## IV. 결 론

Borax/Boric acid 혼합 용액에 의한 섬유소 섬유의 일시적 방염 가공에 관하여 검토해 본 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. Borax/Boric acid 혼합 사용시 방염성에 있어서 상승 효과를 나타내며, 최대 상승 효과는 7:3의 혼합비에서 나타난다.

2. Borax/Boric acid 용액에 의한 방염 처리시 분해 시작 온도, 분해 속도가 낮아지고, 분해 온도 범위가 커지며, 잔류 char의 형성이 많아진다.

3. Borax/Boric acid 용액의 용해성은 혼합비가 비슷해질수록 높아지며, 방염성이 좋은 혼합비율 80/20, 60/40, 40/60 용액일 때는 상온 또는 온수에 잘 용해되어 실용상에 문제가 없었다.

## 참 고 문 헌

1. *Flammable Fabrics Act, Public Law 88, 83rd Congress, Chapter 164, H.R. 5069, July 1, 1954; ammended July 1, 1958; ammended & revised December 1967, Public Law 90~189.*
2. Anon. *ASTM Studies, DOC Standard, FF3~17 on Flammability of Children Sleepwear, Mat. Res. Stand. 38~39(1972).*
3. *DOC FF 5~73; Text. Chem. Color. 5, 70~75(1973); Federal Register 38, 6700~6704 (1973)*
4. M. Lewin and S.B. Sello, *Flame Retardant Polymeric Materials, Vol. 1. (M. Lewin, S.M. Atlas, and E.M. Pearce, Eds.). Ple-*

- num Press, New York(1975)
5. W. Micherlitsch, Ger. Pat. 878, 792, (1953)
  6. M. Lewin, *Proc. Ann. Conference Japanese Soc. of Fiber Science and Technology*, Kashico Jima, Aug. 25~27, 1977, pp.14~18
  7. R.H. Barker and J.E. Hendrix, in *Flame Retardancy of Polymeric Materials*, Vol.5 (W.C. Kuryla and A.J. Papa, eds.), Marcel Dekker, 1973, Chapter 1
  8. R.W. Little, *Flameproofing Textile Fabrics*, Reinhold, New York, (1947)
  9. R.F. Schwenker, Jr. and E. Pacsu, Pyrolytic degradation products of Cellulose, *Chem. Eng. Data Ser.*, 2, pp.83~88(1963)
  10. H.G. Higgins, Degradation of cellulose in air as shown by infrared spectroscopic examination, *J Polym. Sci.*, 28, pp.645~648(1958)
  11. C.F. Cullis and M.M. Herschler, *The Combustion of Organic Polymers*, Clarendon Press, Oxford (1981)
  12. R.W. Little, *Flameproofing Textile Fabrics*, Reinhold, New York(1957)