

<研究論文(學術)>

Diphenyl ethanamidophosphate의 합성과 면섬유에 대한 방염성

허만우 · 윤종호* · 조용석** · 김영숙** · 임학상***

경북산업대학교 공과대학 섬유공학과
*경북산업대학교 공과대학 공업화학과
**대구효성가톨릭대학교 가정대학 의류학과
***세명대학교 공학부 환경공학과
(1996년 2월 8일 접수)

The Synthesis of Diphenyl ethanamidophosphate (DPEAP) and the Flame Retardancy of Cotton Fabric

Man Woo Huh, Jong Ho Yoon, Yong Suk Cho,
Young Suk Kim and Hak Sang Lim

Dept. of Textile Eng., Kyungpook Sanup Univ., Kyungsan, Korea
**Dept. of Industrial Chemisry, Kyungpook Sanup Univ., Kyungsan, Korea*
***Dept. of Textiles and Clothing, Catholic Univ. of Taegu-Hyosung, Kyungsan, Korea*
****Dept. of Environment Eng., Seamyung Univ., Chechun, Korea*
(Received February 8, 1996)

Abstract—Diphenyl ethanamidophosphate(DPEAP) was synthesized for the purpose of developing a new flame retardant for cotton fabric.

As the intermediate material was used diphenyl chlorophosphate(DPCP) and it was synthesized by using phosphorus oxychloride and phenol as the starting materials. The final product DPEAP was obtained by the reaction of DPCP and ethanalamine.

The flame retardancy of cotton fabrics treated by DPEAP through pad-dry-cure(PDC) process was examined at various conditions. The physical property change of the DPEAP treated cotton fabrics were investigated by examining the drape stiffness, the wrinkle recovery, and the tensile strength.

The results are summarized as follows :

- (1) DPEAP has shown excellent flame retardancy on cotton fabrics in comparison to other flame retardants for cotton fabrics available commercially.
- (2) The optimal condition for PDC process found was that the curing temperature was 160°C, the DPEAP concentration was 10%, the catalyst $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ concentration was 7.0%, and the fixing agent hexamethylol melamine (HMM)/DPEAP weight ratio was 1/8.
- (3) The wrinkle recovery of the processed fabrics increased with increasing DPEAP concentration.
- (4) The drape stiffness of the cotton fabrics treated by DPEAP have shown essentially no change until increasing DPEAP concentration to 15%, however DPEAP concentration exceeds 20% the drape stiffness increased drastically with increasing DPEAP concentration. When DPEAP concentration is kept constant the drape stiffness increased with increasing $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ concentration and HMM/DPEAP weight ratio.
- (5) The tensile strength of the processed fabrics was lower than that of untreated fabrics, but the tensile strength retention increased with increasing DPEAP concentration.

1. 서 론

대부분의 섬유가 가연성이고, 또 연소 후에는 유독기체를 발생하여¹⁾ 사람의 생명과 재산에 큰 손실을 끼치고 있다.

미국을 비롯한 선진국들은 공통적으로 어린이 잠옷, 완구류, 건물 내장재료, 무대장치, 카펫, 가구덮개, 커튼, 침구류 및 자동차 내장재에 이르기까지 거의 모든 섬유제품의 방염가공을 법률로서의 의무화하고 있다²⁾.

Lewin 등³⁾에 의하면 섬유류의 연소는 열흐름 및 화학작용을 포함하는 복잡한 현상이며 불꽃 또는 열에 의해 섬유가 열분해되어 가연성 기체를 발생하고 이것이 산소와 결합하여 연소하는 것으로 보고된 바 있다. 따라서 연소를 저지 시키려면 우선 섬유의 열분해를 단절시키든지 또는 가연성 기체 발생을 극도로 억제하거나 산소공급을 단절시켜 연소의 연쇄반응을 차단시켜 줌으로서 방지할 수 있음을 알 수 있다.

방염가공법으로서는 대상 섬유인 가연성섬유 혹은 이연성 섬유는 열적 성질, 연소거동이 각각 다른 관계로 모든 섬유에 대하여 일률적인 방염가공은 불가능하기 때문에 섬유에 따라 방염가공이 다르며, 일반적으로 원사개질에 의한 방법⁴⁾과 후처리 가공⁵⁾에 의한 방법으로 나눌 수 있으며, 이 가운데서 가공방법의 용이함 때문에 후처리 가공에 의한 방법이 널리 채용되고 있으나, 세탁에 대한 내구성 부족과 제품의 강도 저하 및 촉감의 거칠어짐 등과 가공세의 인체에 대한 독성이 문제점이 지적되고 있다.

방염제로서는 붕소(B), 질소(N), 인(P), 비소(As), 주석(Sn), 규소(Si), 염소(Cl), 브롬(Br), 요오드(I) 등을 함유하는 물질⁶⁾이 방염효과가 있어 널리 사용되고 있으며, 특히 인, 브롬, 질소 등을 함유하는 물질은 방염효과가 우수한 것으로 알려져 있다^{13,14)}. 이 중 방염제로 가장 많이 사용하는 인화합물은 고상이나 액상에서도 효과적인 난연성을 나타내며, 또한 인산ester화합물은 내가수분해성, 열안정성이 양호하여 각종 섬유류에 양호한 방염제로 작용되고 있다¹⁵⁾. 면섬유의 방염가공을 주로 후처리가공에 의한 방법이 많이 개발되고 있으며, 후처리에 의한 방염제를 성분별로 볼 때, phospho-

nium계, phosphorylamide계, phosphonate계로 대별할 수 있다.

phosphonium계의 방염제로서 THPC[Tetrakis-(hydroxymethyl) phosphonium chloride]가 널리 사용되고 있으며^{16, 18)}, 이 방염제는 처리시 HCl이 생성되어 섬유를 취화시킬수가 있으며, phosphorylamide계의 방염제는 APO[Tris-(1-aziridiny) phosphine oxide]가 사용되었으나 독성¹⁹⁾으로 인하여 상업적인 면에서 그 가치를 잃었다. 또한 phosphonate계 방염제로서 N-methylol dimethyl phosphono propionamide가 있으며²⁰⁾, 이 방염제는 비독성이 비싸지만 상업적으로 간단한 공정으로 가공이 가능하여 가장 널리 사용되고 있다.

본 연구에서는 면섬유에 방염효과가 우수하고 경제적으로 합성이 가능한 합성소 인화합물인 diphenyl ethanolamidophosphate를 합성하고 합성한 물질의 구조를 추정하였으며, 또 이 합성물을 PET포에 실험실적으로 처리하여 처리포에 대한 방염효과 및 물성의 변화를 검토하였다.

2. 실 험

2.1 시 료 포

시료는 정련 표백 및 mercerization가공한 면직물 (Fabric Construction : Twill Weave, Fabric Count (yarn-in) : 89×51, Yarn Number(Ne) : 14^h×14^h, Thickness(mm) : 0.50, Weight(g m²) : 247)을 사용하였다.

2.2 시 약

Phenol 및 ethanolamine은 석산약품(주)제 시약 1급을 상법에 따라 증류하여 사용하였고, tetrahydrofuran(THF), (NH₄)H₂PO₄는 석산약품(주)제 시약 1급을 사용하였으며, hexamethylol melamine (이하 HMM이라 칭함)과 silicon계 유연제는 석강화학제를 사용하였으며, 정련제(Sunmorl BL-300)는 한국정밀화학(공업용)을 사용하였다.

2.3 실험방법

2.3.1 Diphenyl chlorophosphate의 합성
Fig. 1과 같은 합성 장치를 사용하여 온도계와

냉각기가 부착된 4구 flask에 N₂를 주입하면서 2 mole의 Phenol을 넣고 Addition funnel을 사용하여 1 mole의 Phosphorus oxychloride를 점적하고, 점적이 끝나면 140°C로 온도를 상승시켜 24시간 동안 반응시켰다. 반응 후 얻어진 생성물을 147~148°C(1.3 mmHg)²¹⁾에서 감압증류하여 무색액체인 diphenyl chlorophosphate(이하 DPCP라 칭함)을 얻었다²²⁾. 이때 반응시 발생하는 HCl을 제거하기 위하여 N₂ gas를 사용하였으며 제거된 HCl gas는 물속으로 통과시켜 포집하여 HCl(aq)로 만들었다.

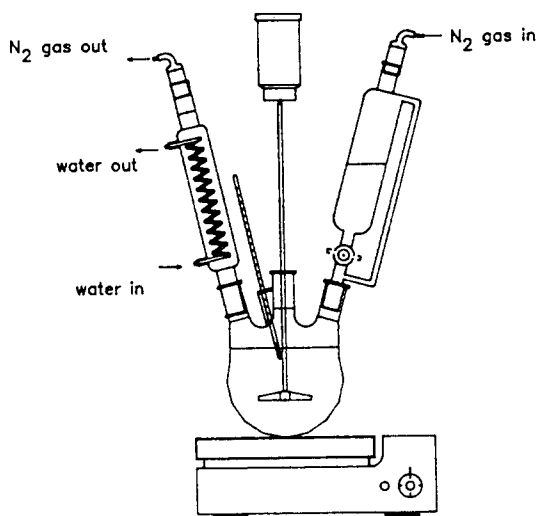


Fig. 1 Apparatus for a synthesis.

2. 3. 2 Diphenyl ethanolamidophosphate의 합성

Fig. 1과 동일한 합성 장치를 사용하여 4구 flask에 1 mole의 DPCP를 같은 양의 THF와 희석하여 넣고 N₂ gas를 치환시킨 후 1 mole의 Ethanolamine을 같은 양의 THF와 희석하여 10°C이하에서 서서히 점적시키고 나서, 상온에서 12시간 반응시켰다. 반응이 끝난 후 생성물을 흡입여과하여 백색 고형분인 diphenyl ethanolamidophosphate(이하 DPEAP라 칭함)를 얻었다.

2. 3. 3 합성물의 분석

① 적외선분광분석

Infrared spectrum은 FT-IR spectrometer(MATTSON사제, POLARISTM)를 사용하여 KBr법으로

로 측정하였다.

② 질량분석

질량분석은 Mass spectrometer(SHIMADZU사제 GC-MS1000)로 측정하였다.

③ 시차주사열량분석

시차주사열량분석은 DSC(SHIMADZU사제 DSC-50)를 사용하였다.

④ 핵자기공명분광분석

NMR spectrum은 ¹H-NMR spectrometer(BRUKER사제 AM-300)을 사용하여 측정하였으며 내부 표준 물질로는 Tetramethyl silane(TMS)를 사용하였다.

2. 3. 4 면포의 DPEAP처리

DPEAP와 HMM을 소정의 농도로 조정된 액에 습윤제 0.2% (o.w.b)와 유연제 4% (o.w.b)를 가하여 물에 완전히 분산시키고, (NH₄)₂HPO₄를 촉매로 사용하여 조제한 처리액에 시료포를 침지한 후 Mangle(HAN WON Co., HS 050A)압력 3.5kg·f/cm²으로 2회 padding하고, Baking Machine(DONG YANG Co., Type 1060)으로 100±2°C에서 3분간 예비건조하고, 소정의 처리온도에서 3분간 열처리하였다. 열처리한 가공포는 silica gel이 들어있는 desiccator속에서 24시간 방치하여 냉각 후 함량이 되게 하여 아래의 식에 의해 무게 증가율(add on)을 계산하였다. 또 방염성 측정은 절긴시켜 측정하였으며, 그 외 여러가지 물성은 Mg(CH₃COO)₂ 과포화 수용액으로 20°C, 65% RH로 조정된 desiccator속에서 48시간 동안 conditioning시켜서 측정하였다.

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

여기서 W₁: 처리 전의 시료무게

W₂: 처리 후의 시료무게

2. 3. 5 방염성 측정

방염도 시험기(SUGA Co., FL-45)로 KS K 0584의 '가'법에 의거 표면 연소 시험법으로 측정하였다.

2. 3. 6 강연도 측정

KS K 0539에 의해 강연도 측정기(DAIEI KAGAKU SEIKI Co.)로 측정하여, 다음과 같이 강연도를 계산하였다.

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

C : Drape stiffness(mm)

D : 스탠드 경사면에 늘어진 시험편의 길이(mm)

2. 3. 7 방추도 측정

KS K 0550에 의거 Wrinkle recovery tester (DAIEI KAGAKU SEIKI Co.)를 사용하여 다음과 같이 방추도를 측정하였다.

$$\text{방추도}(\%) = \frac{\alpha}{180} \times 100 \quad (\text{단, } \alpha \text{는 개각도})$$

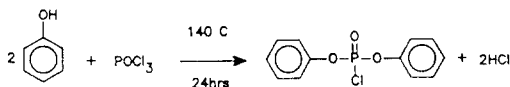
2. 3. 8 인장강도 측정

Autograph (SHIMADZU Co., IM-100)를 사용하여 KS K 0520에 따라 래블스트립법으로 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3. 1 DPCP의 합성

2 mole의 Phenol과 1 mole의 Phosphorus oxychloride의 반응을 Scheme I에 나타내었다.



Scheme I. Synthesis of diphenyl chlorophosphate.

Scheme I의 반응에서 얻은 반응 생성물의 구조 확인을 위해서 FT-IR spectrum 및 NMR spectrum을 Fig. 2와 Fig. 3에 나타내었다.

Fig. 2의 IR spectrum에서 $3000 \sim 3100\text{cm}^{-1}$ 부근에 aromatic ring의 $\nu_{\text{C-H}}$ 특성흡수 band, $1600 \sim 1580\text{cm}^{-1}$ 와 $1490 \sim 1460\text{cm}^{-1}$ 부근에 aromatic ring의 특성흡수band가 나타나 있고, $1350 \sim 1250\text{cm}^{-1}$ 에 $\nu_{\text{P-O}}$ 흡수 band²³⁾, $1230 \sim 1160\text{cm}^{-1}$ 부근에 $\nu_{\text{P-O-C}}$ 특성흡수 band²³⁾가 나타나 있는 것으로 보아 DPCP가 합성된 것으로 추정된다.

Fig. 3의 $^1\text{H-NMR}$ spectrum에서 7.3ppm에 aromatic ring에 기인하는 proton peak가 나타나 있

으며, 또 이 NMR spectrum²⁴⁾은 문헌에 나와 있는 spectrum과 일치하며, 비등점 역시 문헌치²⁵⁾와 일치하므로 이 화합물은 DPCP임을 확인하였다.

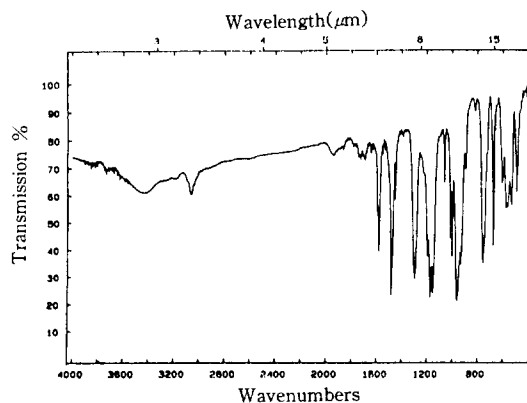


Fig. 2. FT-IR spectrum of DPCP.

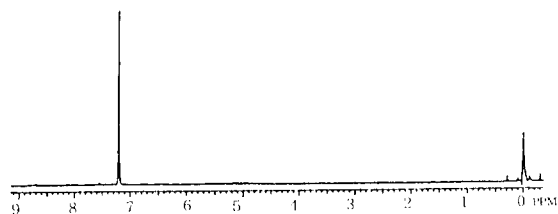
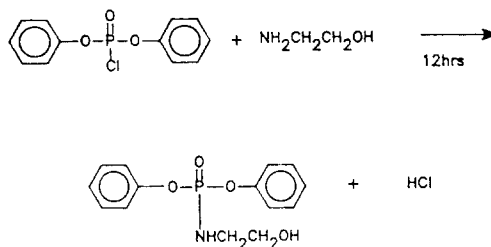


Fig. 3. $^1\text{H-NMR}$ spectrum of DPCP.

3. 2 DPEAP의 합성

DPCP 1 mole과 Ethanolamine 1 mole의 반응은 Scheme II와 같다.



Scheme II. Synthesis of diphenyl ethanolamidophosphate.

Scheme II의 반응에서 얻어진 반응 생성물의 구조를 추정하기 위해서 그 반응 생성물의 FT-IR

spectrum, Mass spectrum 및 DSC thermogram을 각각 Fig.4, Fig.5, Fig.6에 나타내었다.

Fig. 4의 IR spectrum에서 3450cm^{-1} 부근에 $\nu_{\text{O-H}}$ 특성흡수 band, 3370cm^{-1} 부근에 $\nu_{\text{N-H}}$ 특성흡수 band, $3100\sim 3000\text{cm}^{-1}$ 부근에 aromatic ring의 $\nu_{\text{C-H}}$ 특성흡수band, 2900cm^{-1} 부근에 aliphatic hydrocarbon의 $\nu_{\text{C-H}}$ 특성흡수 band, $1600\sim 1580\text{cm}^{-1}$ 부근에 aromatic ring의 특성흡수band가 나타나 있고, $1350\sim 1250\text{cm}^{-1}$, 1180cm^{-1} 부근에 $\nu_{\text{P-O}}$ 특성흡수 band, $1240\sim 1190\text{cm}^{-1}$ 과 950cm^{-1} 부근에 $\nu_{\text{P-O-C}}$ (aromatic)특성흡수 band가 나타나 있고, 1050cm^{-1} 부근에 $\delta_{\text{O-H}}$ 가 나타나 있는 것으로 보아 DPEAP인 것으로 추정된다.

또 Fig. 5의 Mass spectrum에서 $m/e=77$ peak는 C_6H_5^+ fragment ion, $m/e=233$ peak는 $(\text{C}_6\text{H}_5-\text{O})_2\text{PO}^+$ fragment ion, $m/e=248$ peak는 $(\text{C}_6\text{H}_5-\text{O})_2\text{PONH}^+$ fragment ion, base peak $m/e=276$

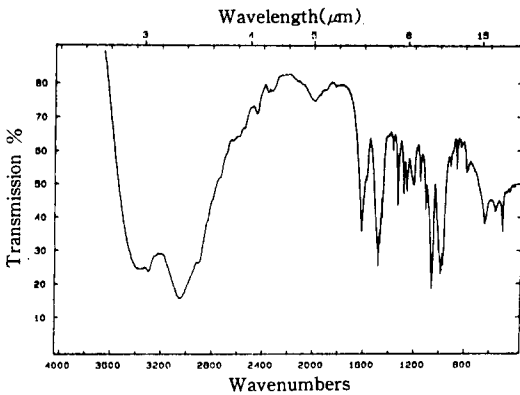


Fig. 4. FT-IR spectrum of DPEAP.

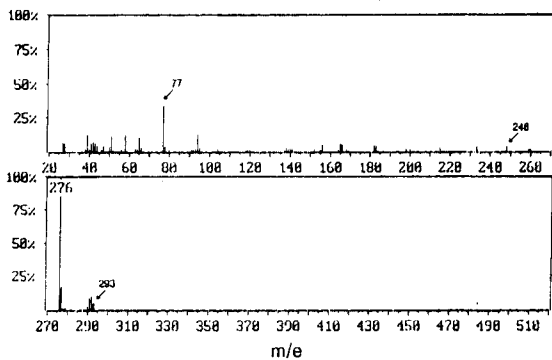


Fig. 5. Mass spectrum of DPEAP.

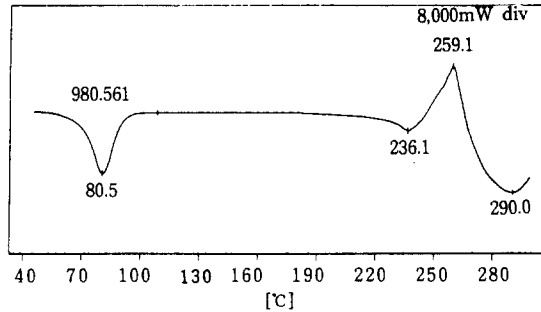


Fig. 6. DSC thermogram of DPEAP.

peak는 $(\text{C}_6\text{H}_5-\text{O})\text{PONHCH}_2\text{CH}_2^+$ fragmen ion이며, $m/e=293$ peak는 반응 생성물인 DPEAP의 분자량일 것으로 생각되므로, DPCP와 Ethanolamine의 반응은 Scheme II와 같이 진행되어 그 반응 생성물은 DPEAP 일 것으로 추정할 수 있다.

반응생성물 DPEAP의 DSC thermogram를 Fig. 6에 나타내었는데 DPEAP의 용점은 80.5°C 이며, 분해온도는 259.1°C 인 것을 알 수 있다.

3.3 DPEAP의 농도변화에 따른 처리포의 방염성

Table 1은 열처리 온도 160°C 에서 HMM의 양은 DPEAP 사용량의 $1/8$, $(\text{NH}_4)\text{HPO}_4$ 의 사용량은 7.0% (o.w.b)로 고정하고, DPEAP의 농도를 변화시키면서 시료포를 처리했을 때 처리된 시료포의 Add-on과 연소시험을 통해 측정된 탄화길이를 나타낸 것이다. Table 1에서 알 수 있는 바와 같이 DPEAP의 농도가 증가할 수록 Add-on이 증가하였으며 DPEAP의 농도 5% 이상에서는 탄화길이가 모두 3cm 이하를 나타내고 있어 방염성이 우수한 것으로 평가되었으며, 농도가 증가할 수록 방염성은 다소 증가하나 농도 10% 이상일 경우에는 증가율의 변화는 거의 없다. 그러므로 이와 같은 처리 조건에서는 농도 10% 정도가 가장 경제적인 처리 조건으로 생각된다.

3.4 HMM의 양에 따른 처리포의 방염성

Table 2는 열처리 온도 160°C 에서 DPEAP의 농도를 10% , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량은 7.0% (o.w.b)로 고정하고, HMM의 양을 변화시키면서 처리했

Table 1. Add-on and char length with respect to the concentration of DPEAP

Conc. of DPEAP(%)	Add on(%)	Char length(cm)	
		Warp	Weft
0	0	∞	∞
3	6.6	∞	∞
5	7.6	3.0	2.7
10	14.8	2.3	2.1
15	23.4	2.4	2.3
20	32.7	2.5	2.1

Table 2. Add-on and char length with respect to HMM/DPEAP weight ratio

HMM/DPEAP weight ratio	Add on(%)	Char length(cm)	
		Warp	Weft
0	13.8	2.9	2.4
1/16	14.2	2.6	2.7
1/8	14.8	2.5	2.4
1/4	14.8	2.1	2.4
1/2	14.9	2.4	2.3

Table 3. Add-on and char length with respect to treating temperature

Temp.(°C)	Add on(%)	Char length(cm)	
		Warp	Weft
140	14.1	2.6	2.7
160	14.8	2.3	2.1
180	14.5	2.6	2.4

을 때, 처리된 시료포의 add-on 및 탄화길이를 나타낸 것이다. Table 2에서 알 수 있는 바와 같이 add-on은 HMM의 사용량이 증가할 수록 증가하고 있으나 DPEAP 사용량의 1/8이상일 경우에는 증가 현상이 나타나지 않았다. 또한 HMM의 양은 증가할 수록 방염성이 증가하나 DPEAP 사용량의 1.8이상일 경우에는 방염성의 증가 현상은 거의 찾아 볼 수가 없다. HMM 사용량이 증가함에 따라 방염성이 증가하는 것은 처리된 포에 HMM의 부착량이 증가하여 함유된 질소 함량이 증가함으로써 인-질소간의 상승효과를 발휘함에 의한 것으로 추정되며, 이러한 처리 조건에서는 HMM의 사용량이 DPEAP 사용량의 1/8 정도가 경제적인 최적 조건으로 생각된다.

3.5 열처리 온도에 따른 처리포의 방염성

Table 3은 DPEAP의 농도 10%, HMM의 양은 DPEAP 사용량의 1.8, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량은 7.0% (o.w.b)로 고정하고 열처리 온도를 140°C, 160°C, 180°C로 변화시키면서 직물을 처리했을 때 처리포의 add-on 및 탄화길이를 나타낸 것이다.

Table 3에서 알 수 있는 바와 같이 열처리 온도가 140°C 보다 160°C, 180°C일 경우가 방염성은 약간 증가하나 160°C 보다 180°C에서는 add-on 및 방염성은 오히려 약간 감소함을 알 수 있다. 이것은 열처리 온도가 높을 수록 섬유와 DPEAP 및 HMM의 부착량은 증가하나, 180°C에서는 DPEAP가 승화하여 add-on 및 방염성이 처리온도 160°C일 때 보다 감소한 것이라 추정되며, 최적 열처리

Table 4. Add-on and char length with respect to $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ concentration

$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (%)	Add on (%)	Char length(cm)	
		Warp	Weft
4.5	11.5	2.9	2.4
7.0	14.8	2.3	2.1
9.0	16.0	2.1	2.6
11.5	18.0	2.1	2.4

조건은 160°C 정도가 적당한 것으로 생각된다.

3.6 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

사용량에 따른 처리포의 방염성 Table 4는 DPEAP의 농도 10%, HMM의 양은 DPEAP 사용량의 1/8, 열처리 온도를 160°C 로 고정하고, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량은 4.5%, 7.0%, 9.0%, 11.5%로 변화시키면서 직물을 처리했을 때 처리포의 add-on 및 탄화길이를 나타낸 것이다.

Table 4에서 알 수 있는 바와 같이 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량이 증가할 수록 add-on 및 방염성은 증가하였다. 이것은 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량이 증가할 수록 HMM의 부착량이 증가하여 add-on이 증가하였으며, HMM 부착량의 증가로 인해 처리포에 함유된 질소 함량이 증가하여 인-질소간의 상승 효과가 발휘되어 방염성이 증가한 것으로 추정된다. 그러나 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량이 너무 많으면 산에 의한 섬유의 취화가 커지고, HMM의 부착량이 증가하므로 강연도 역시 증가하게 되므로 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량은 7.0% (o.w.b)정도가 적당한 것으로 추정된다.

3.7 처리포의 강연도

Fig. 7은 처리온도 160°C 에서 HMM의 양은 DPEAP 사용량의 1/8, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량은 7.0% (o.w.b)로 고정하고 DPEAP의 농도를 변화시키면서 처리한 처리포의 강연도를 나타낸 것이다. Fig. 7에서 알 수 있는 바와 같이 농도 15%까지는 농도가 증가하더라도 강연도의 변화는 거의 없으며, 20%에서 급격히 증가하고 있다. 이것은 농도 15%까지는 섬유 내부에 DPEAP가 섬유와 HMM과의 화학결합이 형성되어 강연도의 변화에 크게 영향

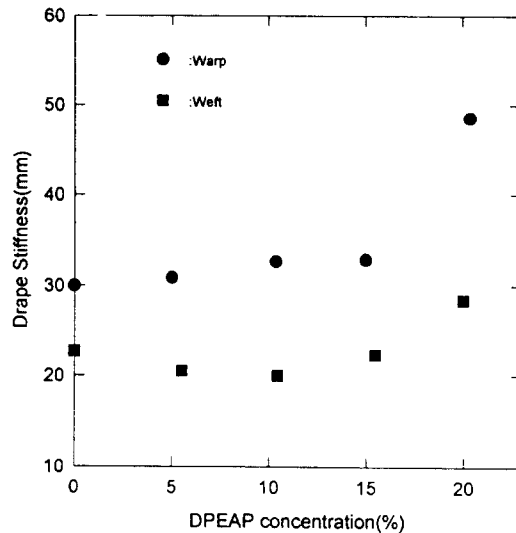


Fig. 7. The change of drape stiffness with respect to DPEAP concentration.

을 미치지 않으나, 20%에서는 DPEAP가 섬유내부 뿐만 아니라 표면에도 결합이 형성되었기 때문이라 추정된다.

Fig. 8은 DPEAP의 농도 10%, HMM의 사용량은 DPEAP의 1/8, 열처리 온도를 160°C 로 고정하고, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량은 4.5%, 7.0%, 9.0%, 11.5%로 변화시키면서 직물을 처리했을 때 처리포의 강연도를 나타낸 것이다. Fig. 8에서 알 수 있는 바와 같이 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량이 증가할 수록 강연도가 증가하였다. 이것은 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 사용량의 증가에 따라 HMM이 자기축합에 의해 부착량이 증가하므로 강연도가 증가한 것으로 추정된다.

Fig. 9는 열처리 온도 160°C 에서 DPEAP의 농도를 10%, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량은 7.0% (o.w.b)로 고

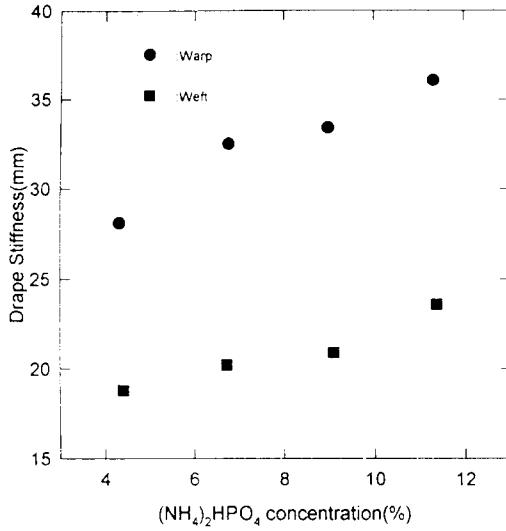


Fig. 8. The change of drape stiffness with respect to (NH₄)₂HPO₄ concentration.

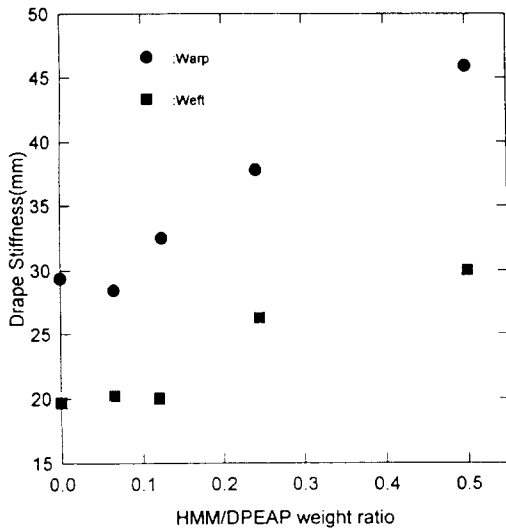


Fig. 9. The change of drape stiffness with respect to HMM/DPEAP concentration.

정하고, HMM의 양을 변화시키면서 처리했을 때, 처리된 시료포의 강연도의 변화를 나타낸 것이다. Fig. 9에서 알 수 있는 바와 같이 HMM의 부착량이 증가함에 따라서 강연도가 증가하였다. 이것은 HMM의 부착량이 많아져서 처리포 표면의 수지화 현상에 의하여 강연도가 증가하는 것으로 추정된다.

3.8 처리포의 방추도

Fig. 10은 처리온도 160C에서 HMM의 양은 DPEAP 사용량의 1/8, (NH₄)₂HPO₄의 사용량은 7.0% (o.w.b)로 고정하고 DPEAP의 농도를 변화시키면서 처리한 처리포의 방추도를 나타낸 것이다. Fig. 10에서 알 수 있는 바와 같이 농도가 증가할 수록 방추도는 증가함을 나타내고 있다. 이것은 HMM의 수지가공 효과에 의해서만 방추효과를 나타내는 것이 아니라 DPEAP도 방추성의 증대에 기여하는 것으로 추정된다.

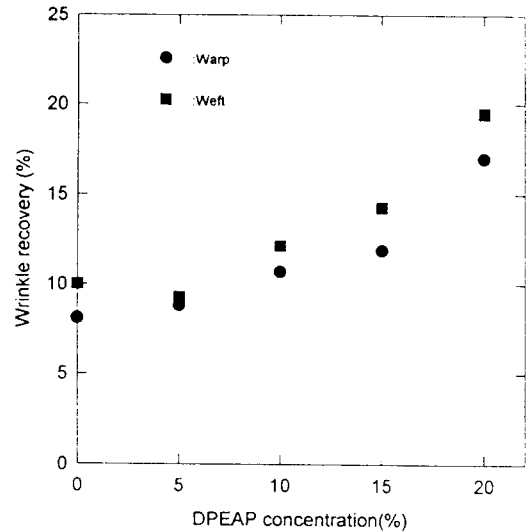


Fig. 10. The change of wrinkle recovery with respect to DPEAP concentration.

3.9 처리포의 인장강도

Fig. 11은 처리온도 160C에서 HMM의 양은 DPEAP 사용량의 1/8, (NH₄)₂HPO₄의 사용량은 7.0% (o.w.b)로 고정하고 DPEAP의 농도를 변화시키면서 처리한 처리포의 인장강도 유지율을 나타낸 것이다. Fig. 11에서 알 수 있는 바와 같이 처리포는 전반적으로 인장강도가 저하하였으나 DPEAP의 농도가 증가할 수록 인장강도 유지율이 증가하는 경향을 나타내고 있다. 이것은 DPEAP의 사용량이 일정량 이상으로 많아지면 셀룰로오스의 관능기의 대부분이 DPEAP와 결합할 것이므로 HMM의 작용에 의해 셀룰로오스의 분자간의 거

교결합이 적게 형성될 것이므로 인장강도의 저하가 작게 나타나는 것으로 추측된다.

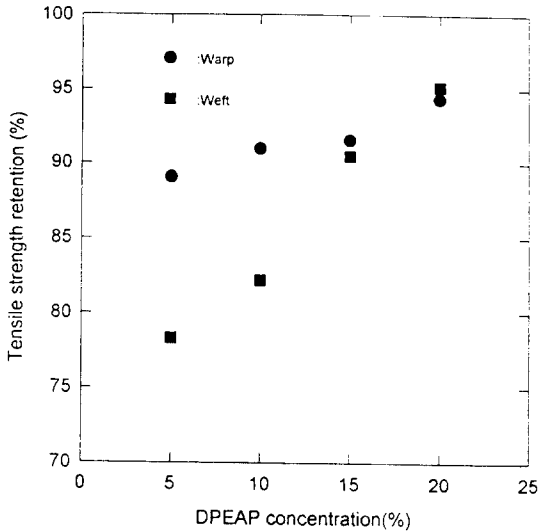


Fig. 11. The change of tensile strength with respect to DPEAP concentration.

4. 결 론

면직물에 방염효과가 우수하리라 기대되는 합질 소인산 에스테르계 방염제를 합성하기 위해 phosphorus oxychloride와 phenol을 출발물질로 하여 diphenyl chlorophosphate(DPCP)를 합성하고 DPCP와 ethanolamine을 반응시켜 diphenyl ethanolamidophosphate(DPEAP)를 합성하였다.

IR, NMR, Mass spectrum을 통해 합성물의 화학구조를 규명하였으며 또한 합성한 방염제를 면포에 가공, 처리하였을 때의 처리포의 방염효과 및 물성을 검토한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) DPEAP로 처리한 면포는 우수한 방염성을 나타내었다.

2) DPEAP의 면포에 대한 처리조건은 열처리 온도 160°C, DPEAP 농도 10%, hexamethylol melamine(HMM)의 사용량은 DPEAP 사용량의 1/8, 촉매로 사용된 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 의 사용량은 7.0% (o.w.b)가 가장 경제적이고 효과적인 조건일 것으로 생각된다.

3) DPEAP로 처리한 면포는 DPEAP의 농도가

증가할 수록 방추도가 증가하였다.

4) DPEAP로 처리한 면포는 DPEAP의 농도가 15%까지는 강연도의 변화는 거의 없으나 20%에서는 급격히 증가하였으며, DPEAP를 일정한 농도로 고정시켰을 때는 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 와 HMM의 사용량이 증가할 수록 강연도는 증가하였다.

5) DPEAP로 처리한 면포는 인장강도가 저하하였으나, DPEAP의 농도가 증가할 수록 인장 강도 유지율은 증가하였다.

참 고 문 헌

1. 黒田大介, 高砂光正, 河野宏彰, 福角京子, “*科學と工業*”, 60, 9, 370(1986).
2. A. Williams, “*Flame Resistant Fabrics*”, Noyes Data Corporation Park Ridge, New Jersey, p. 75(1974).
3. 次郎丸誠男, “*纖維と防災*”, 日本防災協會, p. 44 (1983).
4. M. Lewin, S. B. Sello, “*Functional Finishes*”, Vol. II, PartB, Marcel Dekker, New York, p. 38(1984)
5. N. Inagaki and K. Katusura, *J. Appl. Polym. Sci.*, 24, 249(1979)
6. M. Lewin, S. M. Atlas and E. M. Pearce, “*Flame Retardant Polymeric Materials*”, Vol. I, Plenum Press, New York, p. 187(1975)
7. G. J. Leitner and W. L. Coble, *Text. Chem. Color.*, 10, 79(1978)
8. 福田健詰厚夫, 特公(日本) 昭44-156399(1969)
9. *U.S. Pat.* 3, 526613(1970)
10. J. Dipietro, Stepniczka and R. C. Nametz, *Text. Res. J.*, 41, 593(1971)
11. J. E. Bostic, K. N. Yen and R. H. Baker, *J. Appl. Polym. Sci.*, 17, 471(1973)
12. 西澤 仁, “*ポリマの難燃化*”, 大成社, 東京, p. 52 (1987).
13. 西澤 仁, “*ポリマの難燃化*”, 大成社, 東京, p. 1 (1987).
14. 岡部龍平, “*纖維と防災*”, 日本防災協會, p. 69

- (1983).
15. 長竹孝夫, “纖維と防炎”, p. 95, 日本防炎協會 (1983)
 16. A. W. Frank, D. J. Daigle, and S. L. Vail, *Text. Res. J.*, **52**, 678(1982)
 17. D. J. Daigle, W. A. Reeves, J. V. Beninate, and G. L. Drake, Jr., *Text. Res. J.*, **41**, 550 (1971)
 18. D. J. Donaldson, F. L. Normand, G. L. Drake, Jr., and W. A. Reeves, *Text. Res. J.*, **42**, 331 (1972)
 19. 根本嘉郎, 小川吉克, 纖維製品消費科學, **13**, 250 (1972)
 20. C. E. Morris and Leon Seagal, *Text. Res. J.*, **60**, 431(1990)
 21. L. F. Fieser, M. Fieser, “*Reagents for Organic Synthesis*” Vol. 1, John Wiley & Sons, Inc., New York, p. 345(1967)
 22. 조 환, 이광우, 조인순, 허만우, 조용석, 장두상, 김수창, *한국섬유공학회지*, **26**, 429(1989)
 23. L. J. Bellamy, “*The Infra-red Spectra of Complex Molecules*”, Chapman and Hall, London, p. 348(1975)
 24. C. J. Pouchert and J. R. Campbell, “*The Aldrich Library of NMR Spectra*”, Aldrich Chemical Co. Inc., Milwaukee, Vol. X, p. 55(1974)
 25. 社團法人有機合成化學, “*有機化合物辭典*”, 東京, p. 299(1985)