



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년10월07일
(11) 등록번호 10-1447489
(24) 등록일자 2014년09월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 31/22 (2006.01) G01N 21/78 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0105021
(22) 출원일자 2014년08월13일
심사청구일자 2014년08월13일
(56) 선행기술조사문헌
JP2005233721 A
W02012166422 A1
친환경 난연목재 제조기술 개발,
국립산림과학원(2013.08)

(73) 특허권자
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
영림목재(주)
인천광역시 남동구 논현고잔로 63 (고잔동)
(72) 발명자
이종신
대전광역시 중구 태평로 15 버드내마을아파트 21
5동 1202호
이승환
인천광역시 연수구 해돋이로84번길 10 송도풍림아
이원6단지아파트 604동 902호
(74) 대리인
최규환

전체 청구항 수 : 총 6 항

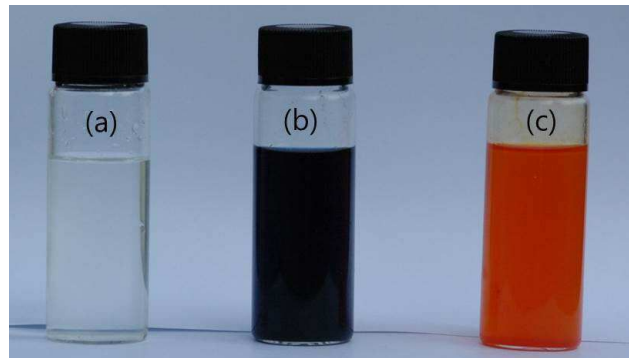
심사관 : 김도현

(54) 발명의 명칭 난연제가 처리된 목재용 정색시약 및 이를 이용한 정색방법

(57) 요약

본 발명은 몰리브덴산암모늄(ammonium molybdate) 및 아스코르브산(ascorbic acid)을 포함하거나, 에틸알코올로 희석한 염산(HCl)으로 용해시킨 강황을 포함하며, 난연제와 반응하는 것을 특징으로 하는 정색시약에 관한 것이다. 더욱 상세하게는 본 발명의 정색시약은 난연제에 포함된 인(P) 또는 붕소(B)와 정색반응 하여 청색 또는 붉은색으로 색깔을 내는 것으로, 건축물 또는 가구 등에 사용되는 '목재에 대한 난연제 처리가 얼마나 효과적인지를 분석하기 위한 것이다. 또한, 본 발명은 정색시약을 이용하여 난연제 침투 정도에 따른 색깔변화를 육안으로 분석하는 정색방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 C0147299

부처명 중소기업청

연구관리전문기관 (사)한국산학연합회

연구사업명 중소기업청 산학협력 도약기술개발사업

연구과제명 난연 목재의 품질안정화를 위한 약제 농도 관리 및 품질분석 기술 개발

기 여 율 1/1

주관기관 충남대학교 산학협력단

연구기간 2013.12.01 ~ 2014.11.30

특허청구의 범위

청구항 1

몰리브덴산암모늄(ammonium molybdate) 및 아스코르브산(ascorbic acid)을 포함하거나, 에틸알코올로 희석한 염산(HCl)으로 용해시킨 강황을 포함하며, 난연제와 반응하는 것을 특징으로 하는 정색시약.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 난연제는 목재용으로 인(P) 또는 붕소(B)를 함유하는 것을 특징으로 하는 정색시약.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 정색시약은 증류수 100ml에 대하여, 몰리브덴산암모늄(ammonium molybdate)은 3 내지 7g, 아스코르브산(ascorbic acid)은 0.3 내지 0.7g을 포함하는 것을 특징으로 하는 정색시약.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 에틸알코올로 희석한 염산(HCl)의 농도는 0.01 내지 1.0N이며, 상기 염산 100ml에 대하여, 강황을 0.01 내지 1.0g 포함하는 것을 특징으로 하는 정색시약.

청구항 5

제1항에 있어서, 난연제는 27~33중량%의 붕산(boric acid), 67~73중량%의 구아닐우레아 포스페이트(guanylurea phosphate) 및 0~4.2중량%의 인산(phosphoric acid)을 함유하는 백색 분말의 제1 난연제; 포스페이트(phosphate)와 흑연(graphite)을 함유하는 백색 분말의 제2 난연제; 및 구아닐우레아 설페이트(guanylurea sulfate), 암모늄 포스페이트(ammonium phosphate) 및 붕산(boric acid)을 함유하는 백색 분말의 제3 난연제; 중에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는 정색시약.

청구항 6

- 1) 인(P) 또는 붕소(B)를 함유하는 난연제를 처리한 목재에 제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 따른 정색시약을 도포하는 단계;
- 2) 상기 단계 1) 이후에, 대기 중에서 8 내지 12분 동안 방치하거나 100 내지 110℃에서 3 내지 5분간 방치하여 발색 시키는 단계; 및
- 3) 발색된 부위를 측정하여 목재 내부로의 난연제 침투 정도를 판별하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 난연제를 처리한 목재의 정색방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 난연제가 처리된 목재용 정색시약 및 이를 이용한 정색방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 최근 들어 승려문과 같은 국보급 목조 문화재의 화재 사건 이후, 문화재를 비롯한 일반 목조 건축물에 대한 화재 예방의 필요성이 제기되고 있으며, 화재에 대한 안전성 확보를 위한 난연처리 목재의 수요가 증가하는 추세이다. 국내에서는 건축물에 주로 사용되는 목재의 난연처리는 간편하고 저비용의 방염처리(방염도료 도포) 방법이 이용되고 있다. 2011년 '건축물의 피난·방화구조 등의 기준에 관한 규칙' 개정안이 시행됨으로써 방화성능을 가진 마감재는 준불연재 이상의 자재로 규제되고 있어 난연 처리 목재의 경우, 현재의 생산 방식인 방염처리 만으로는 건축물의 외장 마감재로 사용하는 것이 곤란하다. 건축물 내장 재료 및 구조에 관해서는 KS F 2271에서는 난연 1급, 2급, 3급으로 난연성을 구분하고 있으며, KS F 3124에서 난연 목재는 난연 3급의 품질을 갖는 것으로 규정하고 있다. 하지만, 목재의 경우, 난연제가 가압주입 처리에 의하여 난연 3급뿐만 아니라 준불연 등급의 품질을 갖는 제품까지도 생산하는 것이 가능하다. 생산된 난연 처리 목재의 난연 등급 품질은 난연제가 목

재 내부로 침투한 양과 깊이에 의해 좌우되는 것이다.

[0003] 난연제 처리 목재 및 난연제 관련 기술로는 일례로, 한국등록특허 제1390631호에 난연 목재의 제조방법에 대해서 개시되어 있으며, 한국공개특허 제2014-0023853호에 목재 함침용 난연 수지에 대해서 개시되어 있고, 한국등록특허 제1312785호에 광물을 이용한 무기질 난연제의 제조방법 및 그 난연제에 관해 개시되어 있다.

[0004] 하지만, '목재에 대한 난연처리'가 얼마나 효과적인지를 판단하는 기준에 대한 연구는 전무한 실정이다. 즉, 난연제가 목재에 효과적으로 침투되었는지를 육안으로 손쉽게 확인하는 방법에 대한 연구가 수행된 바 없다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명은 상기와 같은 요구에 의해 도출된 것으로서, 본 발명은 난연제에 포함된 인(P) 또는 붕소(B)와 정색 반응 하는 정색시약을 제공하고, 상기 정색시약을 이용하여 난연제가 목재 내부로 얼마나 침투했는지를 확인함으로써, 본 발명을 완성하였다.

과제의 해결 수단

[0006] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 폴리브덴산암모늄(ammonium molybdate) 및 아스코르브산(ascorbic acid)을 포함하거나, 에틸알코올로 희석한 염산(HCl)으로 용해시킨 강황을 포함하며, 난연제와 반응하는 것을 특징으로 하는 정색시약을 제공한다.

[0007] 또한, 본 발명은 1) 인(P) 또는 붕소(B)를 함유하는 난연제를 처리한 목재에 본 발명의 정색시약을 도포하는 단계;

[0008] 2) 상기 단계 1) 이후에, 대기 중에서 8 내지 12분 동안 방치하거나 100 내지 110℃에서 3 내지 5분간 방치하여 발색 시키는 단계; 및

[0009] 3) 발색된 부위를 측정하여 목재 내부로의 난연제 침투 정도를 판별하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 난연제를 처리한 목재의 정색방법을 제공한다.

발명의 효과

[0010] 본 발명은 폴리브덴산암모늄(ammonium molybdate) 및 아스코르브산(ascorbic acid)을 포함하거나, 에틸알코올로 희석한 염산(HCl)으로 용해시킨 강황을 포함하며, 난연제와 반응하는 것을 특징으로 하는 정색시약에 관한 것으로, 난연제 중에 함유되어 있는 인성분과 반응하여 청색을 띠고, 붕소 성분과 반응하여 붉은색을 띠므로써 목재 내부로의 난연제의 침투성(침투깊이)을 육안으로 쉽게 확인할 수 있어 난연제가 처리된 목재의 생산에 있어서, 품질관리 및 품질검사에 유용하게 활용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0011] 도 1은 투명한 제1 난연제(a), 인(P) 정색시약에 의해 청색으로 변색된 제1 난연제(b) 및 붕소(B) 정색시약에 의해 붉은색으로 변색된 제1 난연제(c)를 나타낸 도면이다.

도 2는 제1 난연제가 처리된 낙엽송 목재의 인(P) 정색반응 결과이다. (a)는 제1 난연제만을 처리한 낙엽송 목재의 횡단면이고, (b)는 제1 난연제를 처리하지 않고 인(P) 정색시약만을 처리한 낙엽송 목재의 횡단면이며, (C)는 제1 난연제가 처리된 낙엽송 목재에 인(P) 정색반응 후의 횡단면이다.

도 3은 제1 난연제가 처리된 낙엽송 목재의 붕소(B) 정색반응 결과이다. (a)는 제1 난연제만을 처리한 낙엽송 목재의 횡단면이고, (b)는 제1 난연제를 처리하지 않고 붕소(B) 정색시약만을 처리한 낙엽송 목재의 횡단면이며, (C)는 제1 난연제가 처리된 낙엽송 목재에 붕소(B) 정색반응 후의 횡단면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0012] 본 발명은 폴리브덴산암모늄(ammonium molybdate) 및 아스코르브산(ascorbic acid)을 포함하거나, 에틸알코올로 희석한 염산(HCl)으로 용해시킨 강황을 포함하며, 난연제와 반응하는 것을 특징으로 하는 정색시약에 관한 것이다.

[0013] 본 발명의 정색시약이란 시료물질의 화학반응에 의해 특정한 빛깔을 나타내는 시약으로, 목재에 처리된 난연제

와 반응하여 청색 또는 붉은색을 나타내는 시약을 의미하는 것이다.

[0014] 상기 난연제는 목재용으로 인(P) 또는 붕소(B)를 함유하는 것을 특징이며, 상기 몰리브덴산암모늄(ammonium molybdate) 및 아스코르브산(ascorbic acid)을 포함하는 경우, 증류수 100ml에 대하여, 상기 몰리브덴산암모늄(ammonium molybdate)은 3 내지 7g이고 아스코르브산(ascorbic acid)은 0.3 내지 0.7g을 포함하는 것이 바람직하지만 이에 한정하지 않는다.

[0015] 상기 에틸알코올로 희석한 염산(HCl)으로 용해시킨 강황을 포함하는 경우, 상기 에틸알코올로 희석한 염산(HCl)의 농도는 0.01 내지 1.0N이며, 상기 염산 100ml에 대하여, 강황을 0.01 내지 1.0g 포함하는 것이 바람직하지만 이에 한정하지 않는다.

[0016] 상기 난연제는 27~33중량%의 붕산(boric acid), 67~73중량%의 구아닐우레아 포스페이트(guanylurea phosphate) 및 0~4.2중량%의 인산(phosphoric acid)을 함유하는 백색 분말의 제1 난연제; 포스페이트(phosphate)와 흑연(graphite)을 함유하는 백색 분말의 제2 난연제; 및 구아닐우레아 설페이트(guanylurea sulfate), 암모늄 포스페이트(ammonium phosphate) 및 붕산(boric acid)을 함유하는 백색 분말의 제3 난연제; 중에서 선택된 어느 하나인 것이 바람직하지만, 이에 한정하지 않고, 목재의 난연성을 부가할 수 있는 것이라면 어느 것이든 사용하는 것이 무방하다. 하지만, 난연제에는 반드시 인 또는 붕소를 포함하는 것이 특징이다.

[0017] 또한, 본 발명은 1) 인(P) 또는 붕소(B)를 함유하는 난연제를 처리한 목재에 제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 따른 정색시약을 도포하는 단계;

[0018] 2) 상기 단계 1) 이후에, 대기 중에서 8 내지 12분 동안 방치하거나 100 내지 110℃에서 3 내지 5분간 방치하여 발색 시키는 단계; 및

[0019] 3) 발색된 부위를 측정하여 목재 내부로의 난연제 침투 정도를 판별하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 난연제를 처리한 목재의 정색방법에 관한 것이다.

[0020] 이하, 실시예를 이용하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로 본 발명의 범위가 이들에 의해 제한되지 않는다는 것은 당해 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어 자명한 것이다.

[0021] 재료

[0022] 1. 난연제: 외산의 백색 분말 상의 난연제로,

[0023] 1) 제1 난연제: 27~33중량%의 붕산(boric acid), 67~73중량%의 구아닐우레아 포스페이트(guanylurea phosphate), 0~4.2중량%의 인산(phosphoric acid);

[0024] 2) 제2 난연제: 포스페이트(phosphate)와 흑연(graphite); 또는

[0025] 3) 제3 난연제: 48중량%의 구아닐우레아 설페이트(guanylurea sulfate), 50중량%의 암모늄 포스페이트(ammonium phosphate), 2중량%의 붕산(boric acid)이 함유되어 있는 난연제 중에서 선택하여 사용하였다.

[0026] 2. 목재: 국내산 침엽수인 낙엽송을 사용하였다.

[0027] 방법

[0028] 1. 난연제 수용액 조제:

[0029] 백색 분말 상의 난연제를 제조사의 권장 농도(제1 난연제: 15중량%, 제2 난연제: 15중량%, 제3 난연제: 40중량%)가 되도록 수돗물에 용해하여 사용하였으며, 권장 농도에서의 각 난연제 약액의 비중은 각각 1.02, 1.14, 1.07을 나타냈다.

- [0030] 2. 목재 시험체 제조:
- [0031] 가로 4.0~5.5cm×세로 4.0~5.0cm×길이 30cm 크기의 각재를 제재하여 사용하였다.
- [0032] 3. 난연제 수용액의 목재 처리:
- [0033] 가압주입장치를 사용하여 목재 시험체에 가압 주입 처리하였으며, 가압주입은 ① 전배기(25mmHg, 30분), ② 약액 도입, ③ 가압(15~18kgf/cm², 60분), ④ 약액 회수, ⑤ 후배기(25mmHg, 30분)의 과정으로 처리하였으며, 가압주입처리 전 목재 시험체는 평균 8.9~11.6%의 함수율을 보였다.
- [0034] 4. 정색시약 조제
- [0035] 1) 인(P) 정색시약: 증류수 100ml + 몰리브덴산암모늄(ammonium molybdate)5g + 아스코르브산(Ascorbic Acid) 0.5g을 포함하여 제조하였다.
- [0036] 2) 붕소(B) 정색시약: 0.1N HCl 추출용액(HCl 1.8ml+에틸알코올 1000ml) 100ml + 0.1g 강황)을 제조하였다.
- [0037] 5. 난연제가 처리된 목재의 난연제 정색 방법:
- [0038] 가압주입 처리한 시험체를 횡절하여 횡단면을 노출시킨 후, 하기의 방법에 의하여 약제 중에 함유되어 있는 인(P)과 붕소(B)를 발색시켜 난연제 침투 깊이를 식별하였다.
- [0039] 1) 인(P)의 발색: 가압주입 처리 목재의 절단면(횡단면)에 정색시약을 도포한 후, 대기 중에 약 10분간 방치하여(또는 105℃ 건조기에서 약 5분간 가열) 난연제가 침투한 선단부에서 청(Blue)색의 띠가 형성되어 발색되도록 하였다. 발색된 부위까지를 측정하였으며, 이를 목재 내부로의 난연제 침투깊이로 판정하였다.
- [0040] 2) 붕소(B)의 발색: 목재의 절단면에 정색시약을 도포하여 대기 중에서 약 10분간 또는 105℃ 건조기에서 약 5분간 방치하여 난연제가 침투한 전체 면이 붉은 색으로 발색되도록 하였다. 발색된 부위인 내부 선단부까지 측정하였으며, 이를 목재 내부로의 난연제 침투깊이로 판정하였다.
- [0041] **[실시예 1] 인(P) 정색반응 평가**
- [0042] 상기의 재료 및 방법을 이용하여 제1 난연제가 처리된 낙엽송 목재에 대하여, 상기 조제된 인(P) 정색시약으로 인(P) 발색반응을 실시하였다.
- [0043] 인(P) 발색반응 결과는 도 2에 개시하였으며, 도 2(a)는 낙엽송 각재에 제1 난연제 수용액을 가압주입하여 건조시킨 후 횡절한 시험체의 횡단면으로, 제1 난연제의 침투 상태를 확인할 수 없었다.
- [0044] 도 2(b)는 제1 난연제 수용액을 가압주입처리 하지 않은 낙엽송 각재의 횡절 시험체의 횡단면에 본 발명의 인(P) 정색시약을 분무한 것으로, 제1 난연제가 침투되어 있지 않기 때문에 정색시약에 의해 청색으로 발색되지 않았으며, 정색시약에 의해 약간 짙은 재색을 띠고 있었다.
- [0045] 도 2(c)는 제1 난연제를 가압주입한 시험체를 횡절한 후, 횡단면에 본 발명의 인(P) 정색시약을 분무하였다. 제1 난연제 중에 함유되어 있는 인(P)과 정색시약이 반응하여 제1 난연제가 침투된 내부의 선단부까지 청색을 발색되어 제1 난연제의 침투상태를 확인할 수 있었다. 낙엽송은 액체의 침투가 어려운 난주입성 수종으로 내부 깊이까지 제1 난연제의 침투가 이루어지지 않은 것을 확인할 수 있었다.
- [0046] **[실시예 2] 붕소(B) 정색반응 평가**
- [0047] 상기의 재료 및 방법을 이용하여 제1 난연제가 처리된 낙엽송 목재에 대하여, 상기 조제된 붕소(B) 정색시약으로 붕소(B) 발색반응을 실시하였다.
- [0048] 붕소(B) 발색반응 결과는 도 3에 개시하였으며, 도 3(a)는 낙엽송 각재에 제1 난연제 수용액을 가압주입하여 건조시킨 후에 횡절한 시험체의 횡단면으로, 제1 난연제의 침투상태를 확인할 수 없었다.

[0049] 도 3(b)는 제1 난연제 수용액을 가압주입처리 하지 않은 낙엽송 각재의 횡절 시험체의 횡단면에 본 발명의 붕소(B) 정색시약을 분무한 것으로, 제1 난연제가 침투되어 있지 않기 때문에 정색시약에 의해 붉은색으로 발색되지 않았다. 정색시약에 의해 옅은 노란색을 띠고 있다.

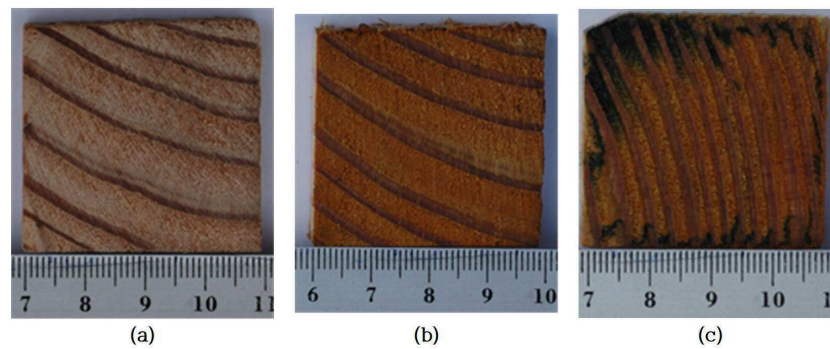
[0050] 도 3(c)는 제1 난연제를 가압주입한 시험체를 횡절한 후, 횡단면에 본 발명의 붕소(B) 정색시약을 분무하였다. 제1 난연제 중에 함유되어 있는 붕소(B)와 정색시약이 반응하여 제1 난연제가 침투된 내부의 선단부까지 붉은색으로 발색되어 제1 난연제의 침투 상태를 확인할 수 있었다. 상기한 바와 같이 낙엽송은 액체의 침투가 어려운 난주입성 수종으로 상기 인(P) 정색반응 결과와 마찬가지로 내부 속으로의 제1 난연제 침투가 잘 이루어지지 않았다는 것을 확인할 수 있었다. 또한, 상기 인(P)의 발색부위와 붕소(B) 발색부위가 거의 일치하고 있으며, 제1 난연제가 침투되지 않은 부위는 도 3(b)에서처럼 옅은 노란색을 나타냈다.

도면

도면1



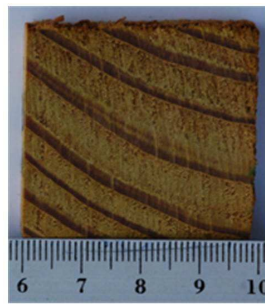
도면2



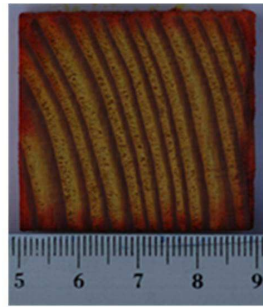
도면3



(a)



(b)



(c)