



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년08월16일
(11) 등록번호 10-0976175
(24) 등록일자 2010년08월10일

(51) Int. Cl.

C08K 3/04 (2006.01) C01B 31/04 (2006.01)

C08L 101/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-0033342

(22) 출원일자 2010년04월12일

심사청구일자 2010년04월12일

(56) 선행기술조사문헌

JP2007045676 A

KR1020090088530 A

WO2007047084 A2

(73) 특허권자

박기호

부산 북구 화명3동 2306번지 대림쌍용강변타운
708동 802호

울산대학교 산학협력단

울산 남구 무거2동 산29

(72) 발명자

박기호

부산 북구 화명3동 2306번지 대림쌍용강변타운
708동 802호

정한모

울산광역시 남구 무거동 1584번지 롯데캐슬아파트
105동 1002호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인신세기

전체 청구항 수 : 총 2 항

심사관 : 김수미

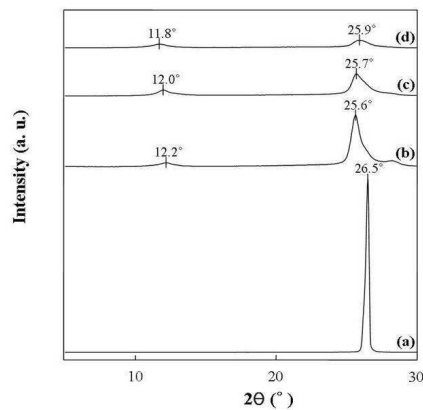
(54) 수지 조성물 용 난연제

(57) 요약

본 발명은 수지 조성물 용 난연제, 더 상세하게는, 산화흑연과 흑연의 복합구조를 가지는 흑연 산화물 형태의 수지 조성물 용 난연제 및 이를 포함하는 난연성 수지 조성물에 관한 것으로 $2\theta=26^\circ$ 부근에서 나타나는 흑연의 XRD 특성 피크 높이 / $2\theta=10\sim15^\circ$ 에서 나타나는 산화흑연의 XRD 특성 피크 높이 비 값이 1~20/1 범위이며, C/O의 원자 개수 비가 2~10/1 범위인 산화흑연과 흑연의 복합구조를 가지는 흑연 산화물로 된 수지 조성물 용 난연제 및 이를 포함하는 난연성 수지 조성물을 제공한다.

본 발명에 의하여 연소 시 팽윤성과 차단성이 우수하여 난연성이 우수한 복합구조 흑연 산화물로 된 난연제를 제공할 수 있으며, 이를 수지에 도입하여 난연성이 우수한 고분자 재료를 제조할 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이유록

경상북도 경주시 천북면 모아1리 234-7번지

김순철

경상북도 경주시 도지동 290-2번지

오성민

울산광역시 동구 전하2동 667-9번지

특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

$2\theta=26^\circ$ 부근에서 나타나는 흑연의 XRD 특성 피크 높이 / $2\theta=10\sim15^\circ$ 에서 나타나는 산화흑연의 XRD 특성 피크 높이 비 값이 1~20/1 범위이며, C/O의 원자 개수 비가 2~10/1 범위인 산화흑연과 흑연의 복합구조를 가지는 흑연 산화물로 된 수지 조성물 용 난연제에 있어서, 상기 산화흑연과 흑연의 복합구조를 가지는 흑연 산화물이 흑연분말에 진한황산과 KMnO_4 을 각각 흑연분말 (g)/진한황산 (mL)의 비 값이 1/5~25 범위, 흑연분말 (g)/ KMnO_4 (g) 비 값이 1/0.5~4 범위에서 가하고 60~80 $^\circ\text{C}$ 범위에서 반응시켜 얻어지는 수지 조성물 용 난연제

청구항 3

제2항에 있어서, 상기 흑연 산화물에서 상기 $2\theta=26^\circ$ 부근에서 나타나는 흑연의 XRD 특성 피크 높이 / $2\theta=10\sim15^\circ$ 에서 나타나는 산화흑연의 XRD 특성 피크 높이 비 값은 2~15/1 범위이며 상기 C/O의 원자 개수 비는 3~7/1 범위인 수지 조성물 용 난연제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

명세서

기술 분야

[0001] 본 발명은 수지 조성물 용 난연제, 더 상세하게는, 산화흑연과 흑연의 복합구조를 가지는 흑연 산화물 형태의 수지 조성물 용 난연제 및 이를 포함하는 난연성 수지 조성물에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 고분자 재료의 용도가 건축용, 자동차용, 전기제품, 항공기, 선박 등으로 광범위하게 확대됨에 따라, 화재 발생 시 안전을 고려한 난연화의 필요성이 지속적으로 증대되고 있다. 더불어 최근에는 높은 난연성과 함께 환경에 적합한 재료의 개발이 강하게 요구되고 있으며, 고난연성, 저유해성 제품의 개발이 중요한 과제로 떠오르고 있다.

[0003] 고분자 재료에 난연성을 부여하는 난연제로는 브롬 혹은 염소가 포함된 할로겐계 난연제가 난연화 효과가 뛰어나며, 비용 대비 성능 면에서 우수하므로 많이 사용되고 있다. 그러나 할로겐계 난연제는 연소 시 다이옥신 등 독성 물질이 발생하는 단점이 있으므로, 세계적으로 이들의 사용이 점차 규제되고 있다.

[0004] 할로겐계 난연제를 대체할 수 있는 친환경 난연제의 하나로, 연소 시 팽윤되면서 팽윤된 솟을 형성하여, 이 팽윤된 솟 층이 산소, 열, 연소 생성물이 이동을 차단하는 벽으로 작동하여, 팽윤된 솟 층 아래로 더 이상 연소가 진행되지 않게 하여 난연효과를 유발하는, 팽윤성 (intumescent) 난연제에 대한 관심이 증대하고 있다.

[0005] 팽윤성을 갖는 난연제의 하나로 산화흑연 (graphite oxide, GO)이 최근 문헌들에 소개 되고 있다. 흑연은 그래핀 시트가 층상 구조로 쌓여 있는 물질로 층 간 간격이 3.35 Å으로 일정하므로 XRD 분석에서 $2\theta=26.5^\circ$ 에서 피크를 가진다. 산화흑연은 흑연을 산화시킨 물질로 산화에 의해 각 그래핀 층에 카르복실 산, 수산기 등 산소를 포함하는 관능기가 부착된 형태로, 층상구조를 가지나 층 간 간격이 흑연보다 늘어나 보통 $2\theta=10\sim15^\circ$ 에서 XRD 피크가 관찰된다. 산화흑연이 고온에 놓이게 되면 산화흑연에 부착된 산소를 포함하는 관능기들이 이산화탄소로 분해되면서, 발생한 기체의 압력에 의해 각 층들이 팽윤되고 팽윤된 탄소 성분은 물질과 열의 이동을 방해

하는 차단막으로 작용하여 난연효과를 발현할 수 있다.

[0006] 한편 이러한 산화흑연의 제조 방법으로 스타우덴마이어(Staudenmair) 방법, 브로디(Brodie) 방법, 휴메르스(Hummers) 방법 등이 이용되고 있으며, 이들 방법에서는 황산, 발연질산, NaClO_3 등을 중간 삽입 산화제로 사용한다. 그러나 이들 일반적 산화흑연 제조법으로 제조한 산화흑연은 팽윤성과 차단성이 좋지 못하여 효과적으로 난연성을 발휘하지 못하는 단점이 있으므로, 팽윤성과 차단성을 향상시킬 필요가 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 팽윤성과 차단성이 우수한 복합구조 흑연 산화물을 제조하고, 이를 고분자 재료의 난연제로 활용하기 위한 것이다. 산화흑연 자체는 팽윤성이 우수하나, 이를 고분자 재료에 분산시킬 경우 팽윤성이 크게 감소한다. 이러한 사실은 산화흑연이 고분자에 분산되어 있는 경우, 고온에서 팽윤될 때 주위에 놓인 매트릭스 고분자를 밀어낼 만큼 충분히 강하지 못하기 때문에 판단되어 이러한 문제를 해결하기 위한 방안을 심사숙고한 결과; $2\theta=10\sim15^\circ$ 에서 XRD 특성 피크를 가지는 산화흑연 구조와 $2\theta=26^\circ$ 부근에서 XRD 특성 피크를 가지는 흑연 구조를 동시에 상당량 가지는 흑연 산화물을 제조하여 이를 고분자에 첨가하여 난연제로 활용하는 경우, 산화흑연 구조는 팽윤성에 기여하고, 흑연 구조는 주위의 고분자를 효과적으로 밀어낼 수 있는 튼튼한 구조와 차단성이 우수한 숯을 형성하여 효과적으로 팽윤성과 차단성이 발현됨을 관찰하고 본 발명의 내용을 완성하였다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 발명에 의하여, $2\theta=26^\circ$ 부근에서 나타나는 흑연의 XRD 특성 피크 높이 / $2\theta=10\sim15^\circ$ 에서 나타나는 산화흑연의 XRD 특성 피크 높이 비 값이 1~20/1 범위이며, C/O의 원자 개수 비가 2~10/1 범위인 산화흑연과 흑연의 복합구조를 가지는 흑연 산화물로 된 수지 조성물 용 난연제가 제공된다.

[0009] 본 발명의 난연제인 복합구조를 가지는 흑연 산화물에서 상기 $2\theta=26^\circ$ 부근에서 나타나는 흑연의 XRD 특성 피크 높이 / $2\theta=10\sim15^\circ$ 에서 나타나는 산화흑연의 XRD 특성 피크 높이 비 값은 바람직하게는 2~15/1 범위이며, C/O의 원자 개수 비는 바람직하게는 3~7/1이다.

[0010] 또한, 본 발명에 의하여, 고분자 물질 100중량부와 상기 본 발명의 난연제 0.5~40중량부, 바람직하게는 1 내지 30중량부, 더욱 바람직하게는 3 내지 20중량부를 포함하는 난연성 수지 조성물이 제공된다. 본 발명의 난연제인 복합구조 흑연 산화물을 적게 사용하면 수지의 난연효과가 충분히 발현되지 못하며, 과다하게 사용하면 고분자 재료의 물성이 나빠지는 문제점이 발생한다. 또, 다른 종류의 난연제를 본 발명의 난연제와 함께 사용하여 수지 난연성의 상승 효과를 얻을 수도 있다.

[0011] 본 발명의 난연제가 사용될 수 있는 고분자는 특별히 제한되지 않으나, 예를 들면, 폴리메타크릴산메틸 (PMMA), 폴리스티렌, 폴리아크릴로니트릴 등과 같은 부가중합체, 폴리에스테르, 폴리아미드, 폴리우레탄 등 축합중합체, 천연고분자 등 모든 종류의 고분자를 포괄하며, 고분자 이외에 안정제, 가소제 등 고분자의 성능 향상을 위한 첨가제와 병행하여 사용될 수도 있다.

[0012] 본 발명의 난연제인 상기 복합구조 흑연 산화물은 흑연 분말에다, 황산을 중간 삽입제로 사용하고, KMnO_4 를 산화제로 사용하여 제조한다. 상기 복합구조 흑연 산화물에서 흑연 구조와 산화흑연 구조의 상대적 양은 흑연 대비 층 간 삽입제 및 산화제를 다양한 방법으로 조합하여 조절할 수 있다. 복합구조 흑연 산화물을 얻기 위해서는 흑연분말 (g)/진한황산 (mL)의 비 값이 1/5~25 범위, 흑연분말 (g)/ KMnO_4 (g) 비 값이 1/0.5~4 범위인 것이 바람직하다. 이들 범위 보다 작은 양의 진한황산, KMnO_4 를 사용하면 흑연의 구조가 과다하게 많아지며, 이들 범위 보다 많은 양의 진한황산, KMnO_4 를 사용하면 산화흑연의 구조가 과다하게 많아지는 문제가 발생한다. 또 반응 온도는 90°C 이하이어야 하며, 바람직하게는 $60\sim80^\circ\text{C}$ 범위가 적절하다. 이보다 낮은 온도에서는 흑연의 구조가 과다하게 많아지며, 이보다 높은 온도에서는 산화흑연의 구조가 과다하게 많아지는 문제가 발생한다.

[0013] 난연성 수지는 고분자 재료와 본 발명의 난연제인 복합구조 흑연 산화물을 기계적으로 혼합하여 제조한다. 필요한 경우 고분자 재료와 복합구조 흑연 산화물을 용매 혹은 분산매에 용해 혹은 분산시켜 섞을 수도 있으며, 제조 후 용매 혹은 분산매는 용도에 따라 제거하거나 그대로 사용할 수도 있다. 그러나 제조 시 50°C 이상은 가열하지 않아 복합구조 흑연 산화물의 팽윤을 최소화할 필요가 있으며, 과다하게 미세하게 분산하는 경우는 팽창력

이 감소하여 난연성이 감소할 수도 있다.

발명의 효과

[0014] 본 발명에 의하여 연소 시 팽윤성과 차단성이 우수하여 난연성이 우수한 복합구조 흑연 산화물로 된 난연제를 제공할 수 있으며, 이를 수지에 도입하여 난연성이 우수한 고분자 재료를 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1에서 각각 (a) 흑연, (b) C-1, (c) C-2, (d) C-3의 XRD의 패턴이고

도 2와 도3은 각각 실시 예 5 시료의 (a) 파쇄 단면, (b) 연소 후 단면을 SEM으로 관찰한 형상의 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 제조예 1

[0017] C-1 복합구조 흑연 산화물을 제조하기 위하여 1000 mL 플라스크에 진한 황산 110 mL와 천연 흑연분말 (현대코마사 HC-598) 20 g을 넣고, 얼음물에 담가 냉각한 후 12 g의 KMnO_4 를 온도가 20 °C를 넘지 않도록 서서히 가하고, 이어서 30 °C에서 30분간 교반하였다. 반응물의 온도가 90 °C를 넘지 않도록 230 mL의 물을 서서히 가한 후, 30분간 교반하였다. 여분의 KMnO_4 를 환원시키기 위해 추가로 물 500 mL와 30% H_2O_2 40 mL를 순차적으로 가하여 반응을 종결시켰다. 얻어진 산화흑연 분말을 거르고 5% HCl 수용액으로 수차례 세척한 뒤, 증류수로 중성이 될 때까지 세척하고 50 °C 진공 오븐에서 24시간 건조하였다. 원소분석결과 원자 조성은 $\text{C}_{1.00}\text{O}_{0.18}\text{H}_{0.15}$ 이었다.

[0018] 제조예 2

[0019] C-2 복합구조 흑연 산화물은 24 g의 KMnO_4 를 사용하여 C-1에 비해 산화 정도를 증가시킨 것을 제외하고는 제조예 1과 동일한 방법으로 제조하였으며, 원자 조성은 $\text{C}_{1.00}\text{O}_{0.25}\text{H}_{0.17}$ 이었다.

[0020] 제조예 3

[0021] C-3 복합구조 흑연 산화물의 경우는 산화 정도를 더욱 증가시키기 위하여 다음과 같이 제조하였다. 즉, 3000 mL 플라스크에 진한 황산 460 mL와 흑연분말 20 g을 넣고, 얼음물에 담가 냉각한 후 60 g의 KMnO_4 를 온도가 20 °C를 넘지 않도록 서서히 가하고, 이어서 30 °C에서 30분간 교반하였다. 반응물의 온도가 90 °C를 넘지 않도록 920 mL의 물을 서서히 가한 후, 30분간 교반하였다. 여분의 KMnO_4 를 환원시키기 위해 추가로 물 2800 mL와 30% H_2O_2 200 mL를 순차적으로 가하여 반응을 종결시켰다. 얻어진 산화흑연 분말을 거르고 5% HCl 수용액으로 수차례 세척한 뒤, 증류수로 중성이 될 때까지 세척하고 50 °C 진공 오븐에서 24시간 건조하였다. 원소분석결과 원자 조성은 $\text{C}_{1.00}\text{O}_{0.33}\text{H}_{0.26}$ 이었다.

[0022] 제조된 복합구조 흑연 산화물의 분석

[0023] 상기 원소분석에 의하여 C-1, C-2, 그리고 C-3의 C/O 구성 원자 개수 비는 각각 5.55, 4.00, 3.03으로 C-1, C-2, C-3 순서로 산화 정도가 증가함을 볼 수 있다. 한편, 산화에 사용한 흑연, C-1, C-2, 그리고 C-3의 입자크기는 각각 6.8 μm , 7.2 μm , 5.4 μm , 그리고 6.1 μm 이었다.

[0024] 도 1에서 산화에 사용한 흑연(도 1의 (a))은 $2\theta=26.5^\circ$ 에서 예리한 피크를 가짐을 볼 수 있는데 (산화흑연의 XRD pattern과 함께 한 도면에 도시하기 위하여 흑연은 피크 강도는 산화흑연에 비해 4분의 1로 축소하여 나타내었음), 이것은 흑연이 그래핀 층이 층간 간격 3.35 Å으로 규칙적으로 쌓여 있는 층상 구조를 가짐을 보여준다. C-1의 경우 (도1의 (b))이 흑연의 특성 피크가 약간 저각 쪽으로 이동하여 $2\theta=25.6^\circ$ 에서 나타나면서 피크 높이가 감소하고 피크의 예리함이 감소함을 볼 수 있다. 이러한 결과는 흑연의 층상 구조가 산화에 의해 일부 흐트러지고 층간 간격이 약간 늘어남을 보여 준다. 또, $2\theta=12.2^\circ$ 에 작고 넓은 새로운 피크가 나타남을 볼 수 있는데, 이것은 산화흑연의 (002) 면의 특성 피크로, 생성된 산화흑연의 층간 간격이 7.25 Å임을 보여준다. 이것은 산화흑연에는 여러 가지 산소를 포함하는 극성기들이 부착되어 있으므로 층간 간격이 흑연의 3.35 Å보다 증가하였음을 보여준다. 이러한 XRD 측정 결과는 C-1이 흑연의 구조와 산화흑연의 구조를 동시에 가진 복합구조 흑연 산화물임을 보여준다.

[0025] 한편 C-2의 XRD pattern (도 1의 (c))을 보면, C-1 보다 $2\theta=26^\circ$ 부근에서 나타나는 흑연의 특성 피크의 높이

가 더 감소하며, 산화흑연의 특성 피크가 더 저각 쪽인 $2\theta=12.0^\circ$ 에서 나타남을 볼 수 있다. 이러한 결과는 C-2가 C-1보다 더 산화된 복합구조 흑연 산화물임을 보여준다.

[0026] C-3의 경우 (도 1의 (d)) 흑연의 특성 피크는 더 감소하며 산화흑연의 특성 피크가 더 저각 쪽으로 이동하여 $2\theta=11.8^\circ$ 에서 나타남을 볼 수 있다. 이는 C-3는 C-2 보다 더 산화도가 큰 복합구조 흑연 산화물임을 보여준다. 한편, 상기 $2\theta=26^\circ$ 부근에서 나타나는 흑연의 XRD 특성 피크 높이 / $2\theta=10\sim15^\circ$ 에서 나타나는 산화흑연의 XRD 특성 피크 높이 비 값은, C-1, C-2, C-3의 경우 각각 12.3, 3.8, 2.0로, 이 세 가지 물질 모두가 흑연 구조와 산화흑연 구조를 동시에 가지는 복합구조 흑연 산화물임을 알 수 있다.

[0027] 비교 예 1, 2와 실시예 1~8

[0028] 에폭시 수지 (국도화학 YD-128, diglycidyl ether of bisphenol-A)를 100°C 진공에서 1 시간 동안 탈포한 뒤, 상기 제조된 복합구조 흑연 산화물과 교반하여 섞은 후, 경화제인 디에틸렌트리아민 (TETA, Sigma-Aldrich)를 섞은 후, 테프론 몰드 내에서 60°C 에서 12 시간 동안 경화시켰다. 비교예 1과 2에서는 각각 상기 제조된 복합구조 흑연 산화물을 사용하는 대신에 전혀 사용하지 않거나 흑연을 아무런 처리 없이 사용하는 것을 제외하고는 실시예 1~8과 동일하게 실시한다. 상세 조성은 표 1에 나타내었다. 표 1에서 시료 명은 사용한 복합구조 흑연 산화물의 종류와 양을 나타낸다. 즉 1C10E는 C-1을 에폭시 수지와 TETA 100 부당 10 부 첨가하였음을 나타낸다.

[0029] 가로 2 mm, 높이 10 mm, 길이 70 mm인 시료의 수평 방향으로의 연소 속도를 측정하여 난연성을 평가하였다. 시료의 끝에 약 5 초 동안 불꽃을 가하여 발화시킨 후 시료 끝에서 10 mm 떨어진 지점 (A 지점)으로부터 60 mm 떨어진 지점 (B 지점)까지의 거리를 불꽃이 진행하는데 소요된 시간으로 나누어 연소 속도를 계산하였다. 불꽃이 B 지점까지 진행하지 않고 꺼지는 경우는 불꽃이 꺼질 때까지 진행한 거리를 진행에 소요된 시간으로 나누어 연소 속도를 계산하였다.

[0030] 표 1에서 에폭시 수지 자체 (C00E)는 불꽃이 중간에 꺼지지 않고 B 지점까지 0.57 mm/sec로 진행됨을 볼 수 있다. 이에 반해 C-1을 난연제로 첨가한 경우 그 양이 증가함에 따라 스스로 불꽃이 꺼지기 전까지 연소된 거리, 연소속도 모두가 감소함을 볼 수 있으며, 이것은 C-1이 효과적인 난연제임을 보여 준다. C-2도 비슷한 난연 특성을 보이거나, C-3의 경우는 C-1 혹은 C-2 보다 난연성이 감소함을 보여 준다. 난연 실험 시 C-3를 첨가제로 사용한 경우는 C-1이나 C-2를 첨가한 경우에 비해 연소 시 시료가 팽윤되는 정도가 상대적으로 작음을 볼 수 있었는데, 이것은 C-3는 산화 정도가 커 흑연구조의 함량이 적으므로, C-3의 기계적 강도가 약해 연소 시 메트릭스인 에폭시 수지를 밀면서 충분히 팽윤하지 못함을 보여준다. 이러한 실험 결과는 복합구조 흑연 산화물이 효과적으로 난연 효과를 발현하기 위해서는 팽윤성을 가진 산화흑연 구조와 기계적 강도를 가진 흑연 구조가 적절히 조합되어야 함을 보여준다.

[0031] 한편 도 2에는 실시 예 5 시료를 파쇄한 단면의 형상과 도 3에는 이를 연소한 뒤 연소된 단면을 주사전자현미경으로 관찰하여 나타내었다. 도 2에서 복합구조 흑연 산화물이 수 μm 혹은 이보다 작은 크기로 불균일하게 분산되어 있음을 볼 수 있다. 도 3에서는 복합구조 흑연 산화물이 연소 시 팽윤되어 별집같은 모양을 하고 있음을 볼 수 있으며, 그 크기가 도 2에 비해 크게 팽윤되어 있음을 볼 수 있다.

[0032] 비교 예 3, 4과 실시 예 9~14

[0033] 상기 제조된 복합구조 흑연 산화물을 17 배의 증류수에 분산시키고 1 시간 동안 sonication 시킨 후, 수성 아크릴계 점착제 (씨에스 케미칼의 CS-30, 고형분 60 wt%)와 교반하여 섞은 후, 이형지로 만든 틀에 부은 후, 60°C 에서 6 시간, 80°C 에서 48 시간 동안 건조하여, 가로 30 mm, 높이 15 mm, 길이 100 mm인 시편을 제조하였다. 비교예 3과 4에서는 각각 상기 제조된 복합구조 흑연 산화물을 사용하는 대신에 전혀 사용하지 않거나 흑연을 아무런 처리 없이 사용하는 것을 제외하고는 실시예 9~14와 동일하게 실시한다. 상세 조성은 표 2에 나타내었다. 표 2에서 시료 명은 사용한 복합구조 흑연 산화물의 종류와 양을 나타낸다. 즉 1C05A는 C-1을 점착제 고형분 100 부당 5 부 첨가하였음을 나타낸다. 시료의 수평 방향으로의 연소 속도를 측정하여 난연성을 평가하였다. 즉, 시료의 끝에 약 10 초 동안 불꽃을 가하여 발화시킨 후 시료 끝에서 10 mm 떨어진 지점 (C 지점)으로부터 90 mm 떨어진 지점 (D 지점)까지의 거리를 불꽃이 진행하는데 소요된 시간으로 나누어 연소 속도를 계산하였다.

[0034] 표 2에서 점착제 자체 (C00A)는 D 지점까지 0.18 mm/sec로 진행됨을 볼 수 있다. 이에 반해 C-1과 C-2를 난연제로 첨가한 경우 연소속도가 감소함을 볼 수 있으며, 이것은 C-1과 C-2가 효과적인 난연제임을 보여 준다. 이에 반해 C-3의 경우는 C-1 혹은 C-2 보다 난연성이 감소함을 보여 준다. 난연 실험 시 C-3를 첨가제로 사용한 경우는 C-1이나 C-2를 첨가한 경우에 비해 연소 시 시료가 팽윤되는 정도가 상대적으로 작음을 볼 수 있었는데, 이

것은 앞의 에폭시 수지를 사용한 실시 예에서와 같이 C-3는 산화 정도가 커 흑연구조의 함량이 적으므로, C-3의 기계적 강도가 약해 연소 시 매트릭스인 점착제를 밀면서 충분히 팽윤하지 못함을 보여준다. 이러한 실험 결과 또한 복합구조 흑연 산화물이 효과적으로 난연 효과를 발현하기 위해서는 팽윤성을 가진 산화흑연 구조와 기계적 강도를 가진 흑연 구조가 적절히 조합되어야 함을 보여준다.

표 1

[0035]

실시 번호	시료명	조성 (무게비)				연소성	
		에폭시 수 지	DETA	난연제		연소 속도 (mm/sec)	연소 길이 (mm)
				종류	양		
비교예 1	G00E	90	10	-	-	0.57	50
비교예 2	0C10E	90	10	흑연	10	0.47	50
실시예 1	1C01E	90	10	C-1	1	0.35	39
실시예 2	1C03E	90	10	C-1	3	0.30	35
실시예 3	1C05E	90	10	C-1	5	0.14	9
실시예 4	1C10E	90	10	C-1	10	0.07	4
실시예 5	2C05E	90	10	C-2	5	0.15	23
실시예 6	2C10E	90	10	C-2	10	0.06	3
실시예 7	3C05E	90	10	C-3	5	0.41	50
실시예 8	3C10E	90	10	C-3	10	0.35	50

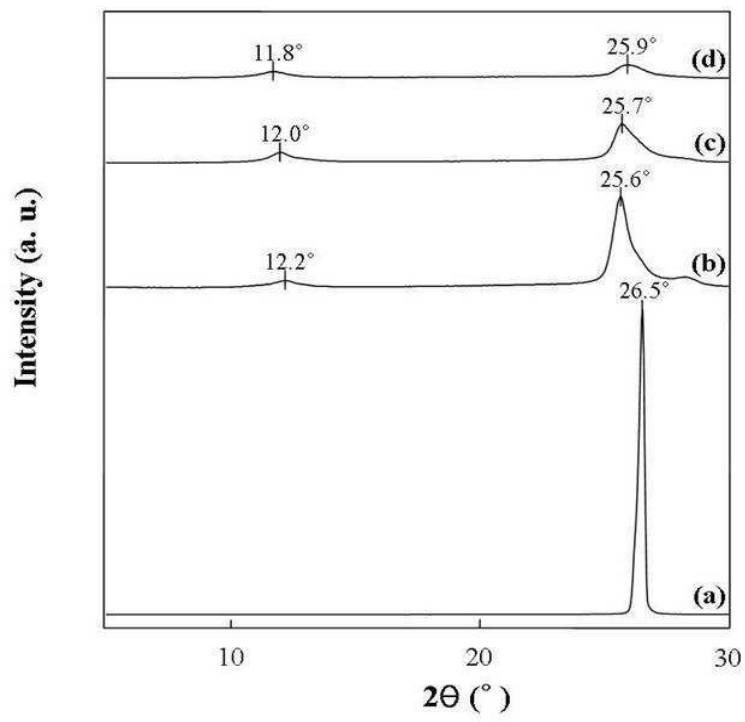
표 2

[0036]

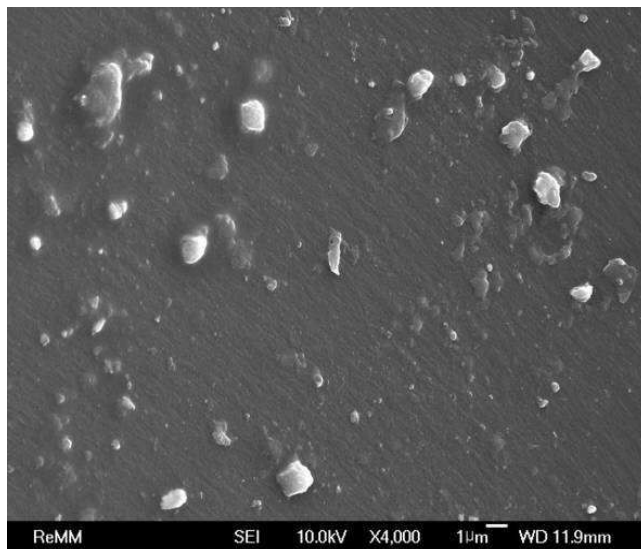
실시번호	시료명	조성 (무게비)			연소속도(mm/sec)
		아크릴 점착제 (고형분)	난연제		
			종류	양	
비교예 3	C00A	100	-	-	0.18
비교예 4	0C10A	100	흑연	10	0.17
실시예 9	1C5A	100	C-1	5	0.14
실시예 10	1C10A	100	C-1	10	0.11
실시예 11	2C5A	100	C-2	5	0.13
실시예 12	2C10A	100	C-2	10	0.10
실시예 13	3C5A	100	C-3	5	0.15
실시예 14	3C10A	100	C-3	10	0.13

도면

도면1



도면2



도면3

