



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.

D06M 13/292 (2006.01)
C09D 17/00 (2006.01)
D06M 15/233 (2006.01)
C09D 11/00 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2007-0085862
(43) 공개일자 2007년08월27일

(21) 출원번호 10-2007-7012844

(22) 출원일자 2007년06월07일

심사청구일자 없음

번역문 제출일자 2007년06월07일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2005/012134

(87) 국제공개번호 WO 2006/061079

국제출원일자 2005년11월11일

국제공개일자 2006년06월15일

(30) 우선권주장 10 2004 059 221.7 2004년12월09일 독일(DE)

(71) 출원인 클라리안트 프로두크테 (도이칠란트) 게엠베하
독일 디-65929 프랑크푸르트 암 마인 브뤼닝스트라세 50

(72) 발명자 하르쯔 안드레아스
독일 65824 쉬발바흐 호프하이머 슈트라세 2아
플러 올라프
독일 61462 쾨니그슈테인 암 왈그라벤 10

(74) 대리인 김창세

전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 수계 및 아크릴레이트계 난연성 분산액

(57) 요약

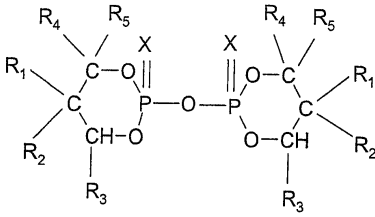
본 발명은

(a) 하기 화학식 I의 난연제; 및

(b) 50 내지 80mol%의 모노알케닐 방향족 및 20 내지 50mol%의 아크릴레이트로 본질적으로 구성된 아크릴레이트 공중합체

를 포함하는 수성 분산액에 관한 것이다:

화학식 I



상기 식에서,

R₁은 수소, C₁₋₄-알킬, -CH₂Cl, -CH₂Br, -CH₂O-C₁₋₄-알킬 또는 페닐이고;

R₂는 수소, C₁₋₄-알킬, -CH₂Cl, -CH₂Br 또는 -CH₂O-C₁₋₄-알킬이거나; 또는

R₁ 및 R₂는 이들에 결합된 고리 탄소 원자들과 함께 시클로헥실리덴, 시클로헥세닐리덴 또는 3,4-디브로모시클로헥실리덴이고;

R₃ 및 R₅는 서로 독립적으로 수소 또는 C₁₋₄-알킬이고;

R₄는 수소 또는 메틸이고;

X는 산소 또는 황이다.

본 발명의 수성 분산액은 1000 내지 50000g/mol의 평균 몰 질량(M_v)을 갖는다.

특허청구의 범위

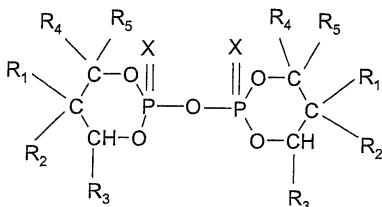
청구항 1.

(a) 하기 화학식 I의 난연제; 및

(b) 50 내지 80mol%의 모노알케닐 방향족 및 20 내지 50mol%의 아크릴레이트로 본질적으로 구성되고 1000 내지 50000g/mol의 평균 몰 질량(M_v)을 갖는 아크릴레이트 공중합체

를 포함하는 수성 분산액;

화학식 I



상기 식에서,

R₁은 수소, C₁₋₄-알킬, -CH₂Cl, -CH₂Br, -CH₂O-C₁₋₄-알킬 또는 페닐이고;

R₂는 수소, C₁₋₄-알킬, -CH₂Cl, -CH₂Br 또는 -CH₂O-C₁₋₄-알킬이거나; 또는

R₁ 및 R₂는 연결된 고리 탄소 원자와 결합하여 시클로헥실리덴, 시클로헥세닐리덴 또는 3,4-디브로모시클로헥실리덴을 형성하고;

R₃ 및 R₅는 서로 독립적으로 수소 또는 C₁₋₄-알킬이고;

R₄는 수소 또는 메틸이고;

X는 산소 또는 황이다.

청구항 2.

제 1 항에 있어서,

R₁ 라디칼이 메틸, 에틸, 프로필, 클로로메틸, 브로모메틸 또는 페닐인 분산액.

청구항 3.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

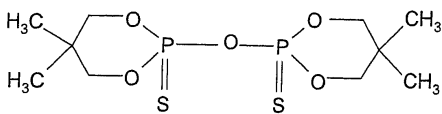
R₂ 라디칼이 메틸, 에틸, 프로필, 클로로메틸 또는 브로모메틸인 분산액.

청구항 4.

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

난연제가 하기 화학식 Ia로 표시되는 분산액:

화학식 Ia



청구항 5.

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

아크릴레이트가 60 내지 70mol%의 모노알케닐 방향족 및 30 내지 40mol%의 아크릴레이트의 공중합체인 분산액.

청구항 6.

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서,

모노알케닐 방향족이 스티렌, α-메틸스티렌, 비닐톨루엔, t-부틸스티렌, o-클로로스티렌 및 이들의 조합으로 구성된 군으로부터 선택된 단량체인 분산액.

청구항 7.

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

아크릴레이트 공중합체가 스티렌, 아크릴산 및/또는 메타크릴산 단량체로 구성된 분산액.

청구항 8.

제 1 항 및 제 7 항 중 어느 한 항에 있어서,

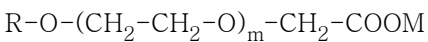
화학식 I의 난연제와 아크릴레이트 공중합체의 중량비가 1:0.1 내지 1:1인 분산액.

청구항 9.

제 1 항 및 제 8 항 중 어느 한 항에 있어서,

하기 화학식 II의 화합물 및/또는 나프탈렌술폰산-포름알데히드 중축합물 및/또는 트리스티릴페놀 에톡실레이트로 구성된 군으로부터 선택된 화합물인 분산 보조제가 부가적으로 존재하는 분산액:

화학식 II



상기 식에서,

R은 C₁₀-C₂₀-알킬 라디칼 또는 C₁₀-C₂₀-알케닐 라디칼이고;

m은 1 내지 15이고;

M은 1가 양이온이다.

청구항 10.

제 1 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 있어서,

분산액의 총 중량을 기준으로,

(a) 5 내지 50중량%의 화학식 I의 난연제;

(b) 0.25 내지 20중량%의 아크릴레이트 공중합체;

(c) 0 내지 12중량%의 화학식 II의 화합물 및/또는 나프탈렌술폰산-포름알데히드 중축합물 및/또는 트리스티릴페놀 에톡실레이트로 구성된 군으로부터 선택된 화합물;

(d) 5 내지 60중량%의 물;

(e) 0 내지 15중량%의 보유제; 및

(f) 0 내지 10중량%의 추가의 통상적인 첨가제로 구성된 분산액.

청구항 11.

제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서, 분산액의 총 중량을 기준으로,

(a) 20 내지 45중량%의 화학식 I의 난연제;

(b) 1 내지 10중량%의 아크릴레이트 공중합체;

(c) 1 내지 12중량%의 화학식 II의 화합물 및/또는 나프탈렌술폰산-포름알데히드 중축합물 및/또는 트리스티릴페놀 에톡실레이트로 구성된 군으로부터 선택된 화합물;

(d) 10 내지 40중량%의 물;

(e) 5 내지 9중량%의 보유제; 및

(f) 0.5 내지 9.5중량%의 추가의 통상적인 첨가제로 구성된 분산액.

청구항 12.

난연제(a), 및 필요에 따라 성분 (c), (e) 및/또는 (f)를 물의 존재 하에 분산 조립체를 사용하여 아크릴레이트 공중합체(b) 용액 중에 미세하게 분산시킴을 포함하는, 제 1 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 따른 분산액의 제조 방법.

청구항 13.

셀룰로오스계 물질, 예컨대 인견, 필라멘트, 모노필라멘트, 부직포, 소시지 포장재, 셀로판, 셀룰로오스계 및/또는 동물성, 식물성 및/또는 합성 섬유와의 조합, 및 식물성, 동물성 또는 합성 섬유의 대량의 난연제 마감 또는 표면 처리용으로서의, 제 1 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 따른 분산액의 용도.

청구항 14.

제 13 항에 있어서,

재생 셀룰로오스의 마감 처리용으로서의 분산액의 용도.

명세서

기술분야

본 발명은 디옥사포스포리난 난연제의 수계 조성물, 이의 제조 방법, 및 천연 및 합성 섬유 물질에 난연성을 부여하는 이의 용도를 제공한다.

배경기술

예를 들어 비스코스 섬유에 대해 만족할만한 수준의 난연성을 얻기 위해서는, 사용되는 난연제가 특히 순도, 입자 섬도, 저장 안정성, 점도, 표면 장력 및 전도도에 관해서 높은 요건을 만족시켜야 한다. 고가의 초미립 데니어(denier) 비스코스 섬유에 대한 미세한 방사 작업이, 최종 생산물의 열등한 품질의 원인이 되는, 섬유 및 필라멘트의 파손, 선밀도 변동, 섬유 섬도 변동 또는 다이 방해를 발생시키지 않도록 하기 위해서, 특히 입자 섬도 및 안정성의 요건이 매우 높다.

예를 들어 독일 특허 제 4128638 A1 호에 기술된 난연제 조성물의 선행 기술은, 그들이 미분, 열 및 저장 안정성, 및 특히 재결정 저항의 측면에서 결함을 가지고 있기 때문에, 종종 더이상 비스코스 산업의 요건을 만족시키지 못한다.

발명의 상세한 설명

본 발명의 목적은 미분, 열 및 저장 안정성, 및 특히 향상된 재결정 저항에 관하여 전술한 요건을 만족시키는 난연제 조성물을 제공하는 것이다.

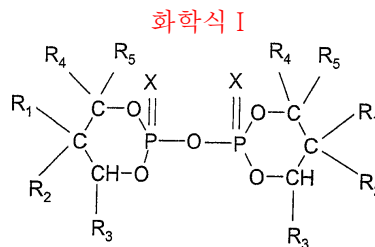
놀랍게도 이러한 목적은 난연제가 특정한, 하기와 같이 정의된 수용성 아크릴레이트 수지와 함께, 필요에 따라 분산 보조제와의 조합으로 분산될 때 달성된다는 것이 밝혀졌다.

따라서, 본 발명은

(a) 하기 화학식 I의 난연제; 및

(b) 50 내지 80mol%의 모노알케닐 방향족 및 20 내지 50mol%의 아크릴레이트로 본질적으로 구성되고 1000 내지 50000g/mol의 평균 몰 질량(M_v)을 갖는 아크릴레이트 공중합체

를 포함하는 수성 분산액에 관한 것이다:



상기 식에서,

R_1 은 수소, C_{1-4} -알킬, $-CH_2Cl$, $-CH_2Br$, $-CH_2O-C_{1-4}$ -알킬 또는 페닐이고;

R_2 는 수소, C_{1-4} -알킬, $-CH_2Cl$, $-CH_2Br$ 또는 $-CH_2O-C_{1-4}$ -알킬이거나; 또는

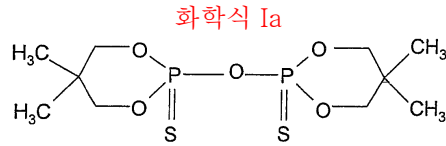
R_1 및 R_2 는 연결된 고리 탄소 원자들과 결합하여 시클로헥실리덴, 시클로헥세닐리덴 또는 3,4-디브로모시클로헥실리덴을 형성하고;

R_3 및 R_5 는 서로 독립적으로 수소 또는 C_{1-4} -알킬이고;

R_4 는 수소 또는 메틸이고;

X는 산소 또는 황이다.

R₁ 라디칼은 바람직하게는 메틸, 에틸, 프로필, 클로로메틸, 브로모메틸 또는 페닐이다. R₂ 라디칼은 바람직하게는 메틸, 에틸, 프로필, 클로로메틸 또는 브로모메틸이다. 특히 바람직하게는 화학식 I의 화합물이 하기 화학식 Ia로 표시된다:



화학식 I 및 화학식 Ia의 화합물은 공지되어 있고, 공지된 방법으로 쉽게 얻을 수 있다.

모노알케닐 방향족은 특히 스티렌, α-메틸스티렌, 비닐톨루엔, t-부틸스티렌, o-클로로스티렌 및 이들의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택된 단량체이다.

아크릴레이트는 아크릴산, 메타크릴산, 아크릴 에스터 및 메타크릴 에스터로 구성된 군으로부터 선택된 단량체이다. 예로는 메틸 메타크릴레이트, 에틸 메타크릴레이트, n-프로필 메타크릴레이트, n-부틸 메타크릴레이트, 이소프로필 메타크릴레이트, 이소부틸 메타크릴레이트, n-아밀 메타크릴레이트, n-헥실 메타크릴레이트, 이소아밀 메타크릴레이트, 2-히드록시에틸 메타크릴레이트, 2-히드록시프로필 메타크릴레이트, N,N-디메틸아미노에틸 메타크릴레이트, N,N-디에틸아미노에틸 메타크릴레이트, t-부틸아미노에틸 메타크릴레이트, 2-술포에틸 메타크릴레이트, 트리플루오로에틸 메타크릴레이트, 글리시딜 메타크릴레이트, 벤질 메타크릴레이트, 알릴 메타크릴레이트, 2-n-부톡시에틸 메타크릴레이트, 2-클로로에틸 메타크릴레이트, s-부틸 메타크릴레이트, t-부틸 메타크릴레이트, 2-에틸부틸 메타크릴레이트, 신나밀 메타크릴레이트, 크로틸 메타크릴레이트, 시클로헥실 메타크릴레이트, 시클로펜틸 메타크릴레이트, 2-에톡시에틸 메타크릴레이트, 푸르푸릴 메타크릴레이트, 헥사플루오로이소프로필 메타크릴레이트, 메탈릴 메타크릴레이트, 3-메톡시부틸 메타크릴레이트, 2-메톡시부틸 메타크릴레이트, 2-니트로-2-메틸프로필 메타크릴레이트, n-옥틸 메타크릴레이트, 2-에틸헥실 메타크릴레이트, 2-페톡시에틸 메타크릴레이트, 2-페닐에틸 메타크릴레이트, 페닐 메타크릴레이트, 프로파길 메타크릴레이트, 테트라히드로푸르푸릴 메타크릴레이트 및 테트라히드로피라닐 메타크릴레이트가 있다.

아크릴 수지는 바람직하게는 60 내지 70mol%의 모노알케닐 방향족 및 30 내지 40mol%의 아크릴레이트로 구성된다. 특히 바람직하게는 아크릴레이트 수지가 단량체 스티렌 및 (메트)아크릴산으로 구성된다.

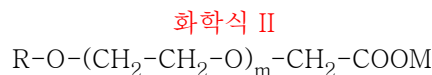
겔 투과 크로마토그래피에 의해 결정된 평균 몰 질량은 바람직하게는 5000 내지 25000g/mol의 범위이다. 본 발명에 따라 사용되는 아크릴레이트 수지의 산가는 바람직하게는 110 내지 250, 특히 190 내지 220(KOH mg)/(아크릴레이트 수지 g) 이고; 유리 전이 온도는 바람직하게는 110 내지 140°C, 특히 120 내지 130°C의 범위이고; 다분산성은 바람직하게는 1.5 내지 2.5, 특히 2.0 내지 2.4의 범위이고; 25°C에서 밀도는 바람직하게는 1.05 내지 1.3g/cm³, 특히 1.1 내지 1.2g/cm³의 범위이고; 용점은 바람직하게는 120 내지 160°C의 범위이다.

아크릴레이트 수지는 알칼리 수용액 또는 암모니아성 용액 중에서, 바람직하게는 1 내지 35중량%, 특히 5 내지 30중량%의 용액으로 사용되는 것이 유리하다.

상기한 아크릴레이트 수지는 미국 특허 제 4,529,787 호에 기술된 대로 제조될 수 있다.

본 발명에 따라 사용되는 아크릴레이트 수지는 공중합체 중에 부가 중합 가능한 계면 활성 화합물을 소량, 예컨대 0.5 내지 2mol%로 포함할 수 있다.

아크릴레이트 수지의 사용은 높은 저장 안정성의 난연제 조성물을 제공하기에 충분하지만, 재결정 저항은 하기 화학식 II의 화합물 또는 나프탈렌술폰산-포름알데히드 중축합물, 바람직하게는 나트륨염 및/또는 트리스티릴페놀 에톡실레이트로 구성된 군으로부터 선택된 화합물인 추가의 분산 보조제를 첨가하여 향상된다:



상기 식에서,

R은 C₁₀-C₂₀-알킬 라디칼 또는 C₁₀-C₂₀-알케닐 라디칼이고;

m은 1 내지 15이고;

M은 1가 양이온이다.

본 발명의 난연제 조성물은 보유제, 바람직하게는 250 내지 1000g/mol 범위의 평균 몰 질량을 갖는 α-메틸-ω-히드록시 폴리에틸렌 글리콜 에테르 부류를 추가로 포함할 수 있다. 보유제는 분산액의 건조 및 굳어짐을 지연시킨다.

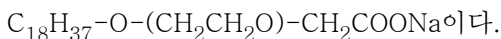
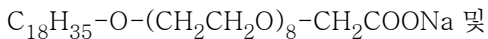
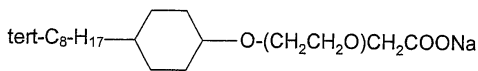
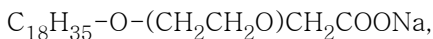
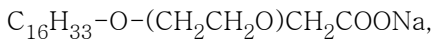
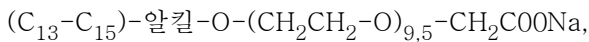
화학식 II의 분산제로 바람직한 것은,

R이 C₁₂-C₁₈-알킬 또는 C₁₂-C₁₈-알케닐, 특히 C₁₃-C₁₆-알킬 또는 C₁₃-C₁₆-알케닐이고;

m이 1 내지 10이고;

M이 수소, 알칼리 금속, 특히 나트륨 또는 암모늄인 1가 양이온인 화합물이다.

화학식 II의 화합물의 예는,



이러한 화합물은 스위스 특허 공개 제 324665 호 및 제 283986 호에 공지되어 있다.

화학식 I의 난연제와 아크릴레이트 공중합체의 중량비는 바람직하게는 1:0.1 내지 1:1, 특히 1:0.15 내지 1:0.5의 범위이다. 난연제 및 존재하는 경우에 화학식 II의 분산제의 바람직한 비율은 1:0.05 내지 1:1, 특히 1:0.05 내지 1:0.5의 범위이다.

바람직한 난연제 조성물은,

난연제 조성물의 총 중량을 기준으로,

(a) 5 내지 50중량%, 바람직하게는 20 내지 45중량%의 화학식 I의 난연제;

(b) 0.25 내지 20중량%, 바람직하게는 1 내지 10중량%의 아크릴레이트 공중합체;

(c) 0 내지 12중량%, 바람직하게는 1 내지 12중량%, 특히 2 내지 8중량%의 화학식 II의 화합물 및/또는 나프탈렌술폰산-포름알데히드 중축합물 및/또는 트리스티릴페놀 에톡실레이트로 구성된 군으로부터 선택된 화합물;

(d) 5 내지 60중량%, 바람직하게는 10 내지 40중량%의 물;

(e) 0 내지 15중량%, 바람직하게는 5 내지 9중량%의 보유제; 및

(f) 0 내지 10중량%, 바람직하게는 0.5 내지 9.5중량%의 추가의 통상적인 첨가제

로 구성된다.

난연제 조성물을 제조하기 위해 사용되는 물은 바람직하게는 증류수 또는 무이온수(ion-free water) 형태이다.

추가의 통상적인 첨가제의 예는 보존제, 양이온성, 음이온성 또는 비이온성 계면 활성 물질(계면 활성제 및 습윤제), 점도 조정제(예: 폴리비닐알콜, 셀룰로오스 유도체), 필름 형성제 또는 점결제로서 결합 강도 및 마모 저항을 증가시키기 위한 수용성 천연 또는 인조 수지, 및 아민(예: 에탄올아민, 디에탄올아민, 트리에탄올아민, N,N-디메틸에탄올아민 또는 디소프로필아민)이며, 이들은 난연제 조성물의 pH 상승을 주로 돕는다.

또한, 본 발명은 본 발명의 난연제 조성물의 제조 방법을 제공하고, 이 방법은 아크릴레이트 수지 용액 중에 난연제 및 필요에 따라 화학식 II의 분산 보조제를 물의 존재 하에 분산 조립체, 바람직하게는 특히 12m/s 초과와 교반 팁 속도 및 1mm 이하 직경의 비금속성의 분쇄 매체의 동작 하에 작업되는 교반 볼 밀을 사용하여 미세하게 분산시킴을 포함한다. 잔여의 첨가제는 미세한 분산 작업 동안 존재하고/존재하거나, 이후에 첨가될 수 있다. 아크릴레이트 수지는 상기한 바와 같이 수용액으로서 사용되는 것이 유리하다. 또한, 통상적인 교반 볼 밀을 사용할 수 있으나, 이 경우 입자 크기 분포가 조악해지고 가공 시간이 길어지는 것을 감수해야 한다.

또한, 본 발명은 본 발명의 분산액의 재생 셀룰로오스의 마감 처리용 용도를 제공한다. 재생 셀룰로오스, 특히 크산테이트는 예를 들어 방사 전에 본 발명의 분산액과 함께 용해된 형태로 혼합된다. 혼합 비는 일반적으로 순수한 재생 셀룰로오스 100부 당 본 발명의 난연제 조성물 10 내지 40부이다.

또한, 본 발명의 난연제 조성물은 안료, 안료 조성물 및/또는 염료와 조합하여 사용될 수 있다. 첨가는 셀룰로오스 물질, 예컨대 인견, 필라멘트, 모노필라멘트, 부직포, 소시지 포장재, 셀로판, 스펀지 클로스(셀룰로오스 및/또는 동물성, 식물성 및/또는 합성 섬유)의 혼합물 또는 조합) 및 식물성, 동물성 또는 합성 섬유의 대량의 난연제 마감 및 표면 처리와 동시에 방사 또는 용매 염색에 대해 상기한 바와 같이 수행될 수 있다.

또한, 본 발명의 조성물은 단독으로 또는 착색제(예를 들면, 안료, 안료 조성물 및/또는 염료)와 조합된 형태로 대량의 난연제 마감 또는 표면 코팅용으로서, 구두 광택제, 초, 크레용, 놀이 반죽, 화장품, 그림 및 분산액 물감, 유성 페인트, 인쇄 물감 또는 잉크(예를 들면, 직물 인쇄 물감, 플렉소그래픽 인쇄 잉크 또는 그라비아 인쇄 잉크)용으로서, 벽지 또는 벽지 물감 또는 잉크용으로서, 나무 보존 시스템용, 래커용, 유리병용, 지붕 기와의 대량 착색용, 석고용, 나무 염색용, 종이 원료용, 착색된 연필심용, 펠트펜용, 화가용 잉크, 액상 잉크, 볼펜용 페이스트, 분필, 세척 및 세정 조성물, 신발 보호 제품, 라텍스 제품, 연마제, 플라스틱 및 고분자 물질용으로서, 전자 사진 토너 및 현상액(예를 들어, 1- 또는 2-성분 분말 토너, 자기 토너, 액상 토너, 중합 토너) 및 추가의 전문 토너에서의 난연제로서, 및 잉크젯 잉크에서의 난연제로서 유용하다.

또한, 본 발명의 조성물은 예를 들어 금속, 나무, 플라스틱, 유리, 세라믹, 콘크리트, 직물, 종이 또는 고무로 구성된 제품의 대량의 난연제 마감용 또는 표면 코팅용으로 유용하다.

유용한 착색제는 유기 및 무기 안료, 및 중합체-가용성, 중합체-부분 가용성 또는 중합체-불용성 염료를 포함한다. 유용한 유기 안료는 모노아조, 디스아조, 레이크화(laked) 아조, β -나프톨, 나프톨 AS, 벤즈이미다졸론, 디스아조 축합, 아조 금속 착체 안료 및 다환 안료, 예를 들면, 프탈로시아닌, 퀴나크리돈, 페릴렌, 페리논, 티오인디고, 안탄트론, 안트라퀴논, 플라반트론, 인단트론, 이소비올란트론, 피란트론, 디옥사진, 퀴노프탈론, 이소인돌리논, 이소인돌린 및 디케토포롤로피롤 안료 또는 카본 블랙을 포함한다. 유용한 무기 안료는 예를 들면, 티타늄 이산화물, 아연 황화물, 철 산화물, 크롬 산화물, 울트라 마린, 니켈 또는 크롬 안티몬 티타늄 산화물, 코발트 산화물, 코발트 및 알루미늄의 혼합 산화물, 비스무트 바나데이트 및 컷(cut) 안료를 포함한다. 유용한 유기 염료는 산 염료, 직접 염료, 황 염료 및 이들의 류코 형태(leucoform), 금속 착체 염료 또는 반응성 염료를 포함한다.

실시예

하기 실시예들은 아크릴레이트 용액용으로 아크릴레이트 수지를 활용하고, 이것은 하기와 같이 특징지어진다:

60 내지 70mol%의 모노스티렌 및 30 내지 40mol%의 아크릴산의 공중합체	
비 질량	1150kg/m ³
산가	214
유리 전이 온도	128℃
몰 질량	17250g/mol
융점	140 내지 150℃
다분산성	2.3

아크릴레이트 용액 자체는 25중량%의 아크릴레이트, 4중량%의 암모니아 및 71중량%의 물로 구성된다.

실시예 1

하기 성분들을 용해기를 사용하여 균질화하였다:

화학식 Ia의 난연제	39부
아크릴레이트 용액	10부
분산제: R-O-(CH ₂ CH ₂ O) _{9,5} -CH ₂ COONa (식중, R은 C ₁₃ -C ₁₅ -알킬)	2부
보존제	0.8부
물	48.2부

이어서, 현탁액을 약 1mm 직경의 유리 분쇄 매체를 사용한 교반 볼 밀(게츠만 디스퍼마트(Getzmann Dispermat) 유형)을 사용해서 분쇄하였다. 수득된 난연제 조성물은 물을 사용하여 낮은 활성량으로 조정할 수 있었다. 난연제 조성물은 우수한 유동성, 점도 안정성, 및 실온 및 50℃에서 1개월 동안 저장 시 매우 양호한 재결정 저항을 가졌다.

실시예 2

하기 성분들을 함유하는 조성물을 실시예 1에 기술된 바와 같이 제조하였다:

화학식 Ia의 난연제	39부
아크릴레이트 용액	10부
보존제	0.8부
물	50.2부

실시예 3

하기 성분들을 함유하는 조성물을 실시예 1에 기술된 바와 같이 제조하였다:

화학식 Ia의 난연제	39부
아크릴레이트 용액	10부
나트륨염: 나프탈렌술폰산-포름알데히드 중축합물	6부
보존제	0.8부
물	44.2부

실시예 4

하기 성분들을 함유하는 조성물을 실시예 1에 기술된 바와 같이 제조하였다:

화학식 Ia의 난연제	45부
아크릴레이트 용액	10부
분산제: $C_{18}H_{35}O(CH_2CH_2O)_{12}CH_2COONa$	12부
α -메틸- ω -히드록시 폴리에틸렌 글리콜 에테르	7.5부
보존제	0.9부
물	24.6부

사용예

실시에 1에 기술된 바와 같이 제조된 15.8부의 분산액을 200부의 9% 셀룰로오스 크산테이트 용액에 넣어 교반하고, 다이를 통해 L 당 125g의 H_2SO_4 , 240g의 무수 Na_2SO_4 및 12g의 무수 $ZnSO_4$ 를 함유하는 수성 응고조로 방사하였다. 이렇게 하여 수득된 필라멘트를 철저히 세척하고 건조하여 편직물로 가공하였다. 이 편직물로 인화성 시험(페니모르크 및 마틴(Fenimore and Martin) 방법, 모던 플라스틱스(Modern Plastics), 1966년 11월, 또는 엘오아이(LOI) 값 측정, ASTM D2863)을 수행하였다. 비교 결과, 본 발명에 따라 처리되지 않은 셀룰로오스 편물은 약 18의 LOI 값을 가진 반면, 본 발명에 따라 처리된 편물은 27.5의 LOI 값을 가졌다.