(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년04월08일
(11) 등록번호 10-2654910
(24) 등록일자 2024년04월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 3/20 (2006.01) *B27K 3/02* (2006.01)
B27K 3/08 (2006.01) *B27K 3/15* (2006.01)
C08K 3/016 (2018.01) *C08K 3/30* (2006.01)
C08K 3/32 (2006.01) *C08K 3/36* (2006.01)
C08K 3/38 (2006.01) *C08L 23/06* (2006.01)
C08L 91/06 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08J 3/201 (2013.01)
B27K 3/0278 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2023-0195023
(22) 출원일자 2023년12월28일
심사청구일자 2023년12월28일
(56) 선행기술조사문헌
KR102432039 B1
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자
충남대학교 산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
럼버원랩스 주식회사
대전광역시 유성구 대학로 99, 315호 (산학연교육연구관 별관) (궁동)
(72) 발명자
이종신
대전광역시 중구 태평로 35, 215동 1202호 (태평동, 버드내마을아파트2단지)
박순
대구광역시 북구 옥산로 87, 1214호 (칠성동2가)
(74) 대리인
최규환

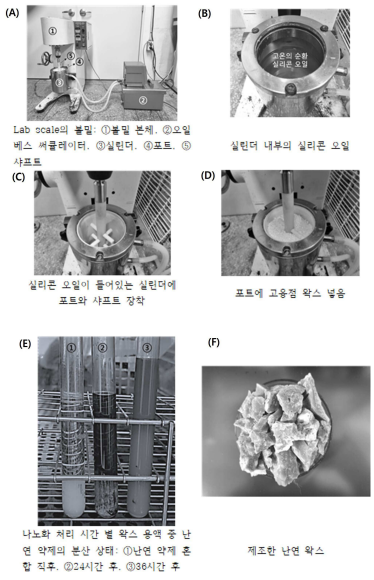
전체 청구항 수 : 총 9 항 심사관 : 김영국

(54) 발명의 명칭 **난연목재의 가공용 난연왁스의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 난연목재 가공용 난연왁스의 제조방법에 관한 것으로, 본 발명의 난연왁스를 처리하는 목재의 가공과정은 난연제 및 왁스를 별도로 처리하는 종래의 방법에 비해 간단할 뿐만 아니라, 본 발명의 난연왁스로 가공한 목재는 우수한 난연성 및 내후성을 갖는 효과가 있으므로, 난연목재 가공에 유용하게 사용될 수 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
B27K 3/08 (2013.01)
B27K 3/15 (2013.01)
C08K 3/016 (2018.01)
C08K 3/30 (2013.01)
C08K 3/32 (2013.01)
C08K 3/36 (2013.01)
C08K 3/38 (2013.01)
C08L 23/06 (2013.01)
C08L 91/06 (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌
KR101898943 B1
KR1020150066621 A
CN104669386 A
KR102528138 B1
KR102255282 B1
CN103087535 A

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1315001988
과제번호 2023-RS-00255167
부처명 행정안전부
과제관리(전문)기관명 한국산업기술기획평가원
연구사업명 재난안전성과이음지원(R&D)
연구과제명 난연왁스 혼합소재 기반 화재확산지연 및 내구성이 강화된 개질처리 목재 개발
기 여 율 1/1
과제수행기관명 럼버원랩스(주)
연구기간 2023.04.01 ~ 2024.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

(1) 볼밀(Ball Mill)의 포트에 융점이 110~120℃인 고융점 왁스를 첨가하는 단계;

(2) 상기 단계 (1) 이후에, 내열성 실리콘 호스를 이용하여 상기 볼밀의 포트가 장착된 실린더와 오일 베스 서큘레이터(oil bath circulator)를 연결한 후, 오일 베스 서큘레이터(oil bath circulator)에 실리콘 오일을 채우는 단계;

(3) 상기 오일 베스 서큘레이터의 온도를 120~140℃로 설정한 후, 실리콘 오일을 순환시키며, 상기 볼밀의 실린더를 가열시켜, 상기 단계 (1)에서 볼밀의 포트에 첨가한 고체상의 고융점 왁스를 액상으로 녹이는 단계;

(4) 상기 단계 (3) 이후에, 상기 액상의 고융점 왁스에 나노 실리카 분말을 첨가하는 단계;

(5) 상기 단계 (4) 이후에, 상기 볼밀의 샤프트(shaft)를 회전시켜 상기 단계 (4)에 첨가한 나노 실리카 분말을 균질하게 분산시키는 단계;

(6) 상기 단계 (5) 이후에, 볼밀 포트에, 난연 약제 분말과 볼을 첨가하고, 샤프트를 회전시켜 난연 약제 분말을 나노 크기로 분쇄하는 단계; 및

(7) 상기 단계 (6) 이후에, 나노크기로 분쇄되고, 균질하게 분산된 난연 약제를 포함하는 고융점의 왁스를 회수하여 고화시키는 단계;를 포함하는 난연왁스를 제조하는 방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 고융점의 왁스는 FT(Fischer-Tropsch) 왁스 또는 PE(polyethylene) 왁스인 것을 특징으로 하는 난연왁스를 제조하는 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 단계 (4)에서, 상기 나노 실리카 분말은 왁스 100중량부에 대하여, 2~3중량부를 첨가하는 것을 특징으로 하는 난연왁스를 제조하는 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 단계 (5)에서, 상기 볼밀의 샤프트(shaft)의 회전은 400~600rpm으로 50~70분 동안 회전하는 것을 특징으로 하는 난연왁스를 제조하는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 단계 (6)에서, 상기 난연 약제 분말은 왁스 100중량부에 대하여, 15~25중량부를 첨가하는 것을 특징으로 하는 난연왁스를 제조하는 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 난연약제는 인산암모늄, 황산암모늄, 붕사 및 붕산으로 이루어진 난연약제인 것을 특징으로 하는 난연왁스를 제조하는 방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 난연약제는 5~15중량%의 인산암모늄, 55~75중량%의 황산암모늄, 5~15중량%의 붕사 및 15~35중량%의 붕산으로 이루어진 난연약제인 것을 특징으로 하는 난연왁스를 제조하는 방법.

청구항 9

(1) 주약관 내에 설치되어 있는 왁스 욕조 안에 제1항, 제3항 내지 제8항 중에서 선택된 어느 한 항의 제조방법으로 제조된 난연왁스를 주입하고, 주약관의 내부 온도를 조절하여 난연왁스를 용융시키는 단계;

(2) 상기 단계 (1) 이후에, 상기 용융 난연왁스 욕조 안에 목재 시험체를 설치하고 주약관 뚜껑을 닫고 밀폐시킨 후, 가압하는 단계;

(3) 상기 단계 (2) 이후에, 주약관 내부 압력을 서서히 대기압까지 내리고, 주약관을 개방하여 고융점 난연왁스가 주입된 목재 시험체를 회수하는 단계; 및

(4) 상기 단계 (3) 이후에, 회수한 고융점 난연왁스가 주입된 목재 시험체 내에 함유된 고융점 왁스를 상온에서 고화시키는 단계;를 포함하는 난연성 및 내후성을 증진시키기 위한 목재의 가공 방법.

청구항 10

제9항의 목재의 가공 방법에 따라 가공하여 난연성 및 내후성이 증진된 목재.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 난연목재의 가공용 난연왁스의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 전 세계적으로 기후변화에 따른 이상기후 현상으로 자연재해의 발생이 많아지고 있다. 기후변화는 지구온난화 현상 중의 하나로, 화석연료의 다량 사용으로 대기 중에 온실기체인 이산화탄소 농도 증가가 주요 원인으로 알려져 있다. 지구 상에서 지구온난화의 주범인 이산화탄소의 유일한 흡수원은 산림이며, 산림을 구성하고 있는 수목으로부터 생산되는 목재는 이산화탄소의 저장고 역할을 한다. 이산화탄소 저장고인 목재의 사용을 확대하면 이산화탄소의 저장고가 증대되기 때문에 기후변화, 즉 지구온난화의 완화에 크게 기여할 수 있다. 목재는 이산화탄소의 저장고임과 동시에 재생산이 가능하고 인체 및 환경에 친화적인 건축재료이다. 건축재료 별로 생산 및 가공 시에 발생되는 이산화탄소 방출량을 비교하면 목재는 철제의 약 0.5%, 알루미늄의 약 0.13%에 지나지 않아 전 세계적으로 목재를 재료로 사용하는 목조 건축이 대형화 및 고층화되고 있는 추세이다. 목재는 건축재료로 많은 장점을 가지고 있으나 화재에 취약하다는 단점을 가지고 있다. 따라서 대형화 및 고층화되고 있는 목조 건축에서 부재에 따라 화재에 대한 안전성을 확보하기 위하여 반드시 난연목재를 사용하도록 규제하고 있다. 목조 건축에 사용한 난연처리 목재를 외장재로 사용하였을 경우에는 외기에 노출되어 상시 강수에 노출되기 때문에 난연성분의 수분에 의한 용탈성 문제가 제기되고 있다.

[0003] 목재를 가해하는 미생물에 의해 열화가 진행되는 목재 부후(썩음)를 방지하기 위한 목재 방부제의 경우에는 수분에 대한 용탈저항성(내후성)이 매우 중요한 평가 기준으로 전 세계 모든 국가의 목재 방부제 관련 규격에서는 처리 목재 조직 중에서의 불용화되는 정착성(고착성)을 규정하고 있다. 그러나 목재 난연약제의 수분에 대한 용탈저항성, 처리 목재 중에 정착되어 불용화되는 약제는 아직까지 개발되어 있지 않으며, 전 세계 어느 국가에서도 규정으로 제한하고 있지 않다.

[0004] 향후 목조 건축물의 화재에 대한 안전성을 확보하여 건축 재료로 목재의 사용 확대를 도모하기 위해서는 정착형 목재 난연약제 개발이 반드시 뒤따라야 한다. 최근 국내에서는 목재 난연제의 수분에 대한 용탈저항성을 강화하기 위하여 수용성 합성수지와 혼합해서 사용하는 기술 또는 난연제를 1차로 처리하고 이어서 소수성인 왁스를 처리하는 이중함침 처리 기술 등이 개발되어 소개된 바 있으나, 난연제를 합성수지에 혼합하여 처리한 난연목재의 경우에 화재 시에 연소에 의한 유독성 기체의 발생 우려가 있으며, 이중함침 처리의 경우에는 2회에 걸쳐서 난연목재를 생산해야 하는 현장 작업성의 불편함과 함께 생산성 저하와 함께 생산비 증가의 문제점을 안고 있다.

[0005] 한편, 왁스를 이용한 목재의 난연성을 증진시키는 왁스 관련 기술로는 한국등록특허 제2528138호에 난연성, 치수안정성 및 내후성을 증진시키기 위한 외장용 목재의 가공 방법이 개시되어 있고, 한국등록특허 제1403753호에 개질된 왁스, 이의 제조 방법, 및 이의 용도가 개시되어 있으나, 아직까지는 본 발명의 난연목재의 가공용 난연왁스의 제조방법에 대하여 개시된 바 없다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명은 상기와 같은 요구에 의해 도출된 것으로서, 본 발명은 난연목재의 가공용 난연왁스의 제조방법을 제공하고, 본 발명의 난연왁스를 처리하는 목재의 가공과정은 난연제 및 왁스를 별도로 처리하는 종래의 방법에 비해 간단할 뿐만 아니라, 본 발명의 난연왁스로 가공한 목재는 우수한 난연성 및 내후성을 갖는 효과가 있다는 것을 확인함으로써, 본 발명을 완성하였다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 (1) 볼밀(Ball Mill)의 포트에 고융점 왁스를 첨가하는 단계;

[0008] (2) 상기 단계 (1) 이후에, 내열성 실리콘 호스를 이용하여 상기 볼밀의 포트가 장착된 실린더와 오일 베스 서큘레이터(oil bath circulator)를 연결한 후, 오일 베스 서큘레이터(oil bath circulator)에 실리콘 오일을 채우는 단계;

[0009] (3) 상기 오일 베스 서큘레이터의 온도를 120~140℃로 설정한 후, 실리콘 오일을 순환시키며, 상기 볼밀의 실린더를 가열시켜, 상기 단계 (1)에서 볼밀의 포트에 첨가한 고체상의 고융점 왁스를 액상으로 녹이는 단계;

[0010] (4) 상기 단계 (3) 이후에, 상기 액상의 고융점 왁스에 나노 실리카 분말을 첨가하는 단계;

[0011] (5) 상기 단계 (4) 이후에, 상기 볼밀의 샤프트(shaft)를 회전시켜 상기 단계 (4)에 첨가한 나노 실리카 분말을 균질하게 분산시키는 단계;

[0012] (6) 상기 단계 (5) 이후에, 볼밀 포트에, 난연 약제 분말과 볼을 첨가하고, 샤프트를 회전시켜 난연 약제 분말을 나노 크기로 분쇄하는 단계; 및

[0013] (7) 상기 단계 (6) 이후에, 나노크기로 분쇄되고, 균질하게 분산된 난연 약제를 포함하는 고융점의 왁스를 회수하여 고화시키는 단계;를 포함하는 난연왁스를 제조하는 방법을 제공한다.

[0014] 또한, 본 발명은 (1) 주약관 내에 설치되어 있는 왁스 욕조 안에 상기 제조방법으로 제조된 난연왁스를 주입하고, 주약관의 내부 온도를 조절하여 난연왁스를 용융시키는 단계;

[0015] (2) 상기 단계 (1) 이후에, 상기 용융 난연왁스 욕조 안에 목재 시험체를 설치하고 주약관 뚜껑을 닫고 밀폐시킨 후, 가압하는 단계;

[0016] (3) 상기 단계 (2) 이후에, 주약관 내부 압력을 서서히 대기압까지 내리고, 주약관을 개방하여 고융점 난연왁스가 주입된 목재 시험체를 회수하는 단계; 및

[0017] (4) 상기 단계 (3) 이후에, 회수한 고융점 난연왁스가 주입된 목재 시험체 내에 함유된 고융점 왁스를 상온에서 고화시키는 단계;를 포함하는 난연성 및 내후성을 증진시키기 위한 목재의 가공 방법을 제공한다.

[0018] 또한, 본 발명은 상기 목재의 가공 방법에 따라 가공하여 난연성 및 내후성이 증진된 목재를 제공한다.

발명의 효과

[0019] 본 발명은 난연목재 가공용 난연왁스의 제조방법에 관한 것으로, 본 발명의 난연왁스를 처리하는 목재의 가공과정은 난연제 및 왁스를 별도로 처리하는 종래의 방법에 비해 간단할 뿐만 아니라, 본 발명의 난연왁스로 가공한 목재는 우수한 난연성 및 내후성을 갖는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은 본 발명의 난연왁스의 제조과정 및 장비를 나타낸 사진이다.

도 2는 본 발명의 난연왁스의 처리 여부에 따른 연소시험 후의 탄화 패턴을 내후조작 전/후 확인한 목재 시험체 표면의 탄화 패턴 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 본 발명은 (1) 볼밀(Ball Mill)의 포트에 고융점 왁스를 첨가하는 단계; (2) 상기 단계 (1) 이후에, 내열성 실

리콘 호스를 이용하여 상기 볼밀의 포트가 장착된 실린더와 오일 베스 서큘레이터(oil bath circulator)를 연결한 후, 오일 베스 서큘레이터(oil bath circulator)에 실리콘 오일을 채우는 단계; (3) 상기 오일 베스 서큘레이터의 온도를 120~140℃로 설정한 후, 실리콘 오일을 순환시키며, 상기 볼밀의 실린더를 가열시켜, 상기 단계 (1)에서 볼밀의 포트에 첨가한 고체상의 고융점 왁스를 액상으로 녹이는 단계; (4) 상기 단계 (3) 이후에, 상기 액상의 고융점 왁스에 나노 실리카 분말을 첨가하는 단계; (5) 상기 단계 (4) 이후에, 상기 볼밀의 샤프트(shaft)를 회전시켜 상기 단계 (4)에 첨가한 나노 실리카 분말을 균질하게 분산시키는 단계; (6) 상기 단계 (5) 이후에, 볼밀 포트에, 난연 약제 분말과 볼을 첨가하고, 샤프트를 회전시켜 난연 약제 분말을 나노 크기로 분쇄하는 단계; 및 (7) 상기 단계 (6) 이후에, 나노크기로 분쇄되고, 균질하게 분산된 난연 약제를 포함하는 고융점의 왁스를 회수하여 고화시키는 단계;를 포함하는 난연왁스를 제조하는 방법에 관한 것이다.

[0022] 상기 고융점의 왁스는 융점이 110~120℃의 왁스인 것이 바람직하며, 더 바람직하게는 FT(Fischer-Tropsch) 왁스 또는 PE(polyethylene) 왁스인 것이지만, 이에 한정하는 것은 아니다.

[0023] 상기 단계 (4)에서, 상기 나노 실리카 분말은 왁스 100중량부에 대하여, 2~3중량부를 첨가하는 것이 바람직하고, 더 바람직하게, 왁스 100중량부에 대하여, 3중량부를 첨가하는 것이지만, 이에 한정하지 않는다.

[0024] 상기 단계 (5)에서, 상기 볼밀의 샤프트(shaft)의 회전은 400~600rpm으로 50~70분 동안 회전하는 것이 바람직하고, 더 바람직하게는 500rpm으로 60분 동안 회전하는 것이지만 이에 한정하지 않는다.

[0025] 상기 단계 (6)에서, 상기 난연 약제 분말은 왁스 100중량부에 대하여, 15~25중량부를 첨가하는 것이 바람직하고, 더 바람직하게는 왁스 100중량부에 대하여, 20중량부를 첨가하는 것이지만, 이에 한정하지 않는다.

[0026] 상기 난연약제는 인산암모늄, 황산암모늄, 붕사 및 붕산으로 이루어진 난연약제인 것이 바람직하고, 더 바람직하게는 5~15중량%의 인산암모늄, 55~75중량%의 황산암모늄, 5~15중량%의 붕사 및 15~35중량%의 붕산으로 이루어진 난연약제이고, 더욱더 바람직하게는 10중량%의 인산암모늄, 60중량%의 황산암모늄, 10중량%의 붕사 및 20중량%의 붕산으로 이루어진 난연약제이지만, 이에 한정하지 않는다.

[0027] 또한, 본 발명은 (1) 주약관 내에 설치되어 있는 왁스 욕조 안에 상기 제조방법으로 제조된 난연왁스를 주입하고, 주약관의 내부 온도를 조절하여 난연왁스를 용융시키는 단계;

[0028] (2) 상기 단계 (1) 이후에, 상기 용융 난연왁스 욕조 안에 목재 시험체를 설치하고 주약관 뚜껑을 닫고 밀폐시킨 후, 가압하는 단계;

[0029] (3) 상기 단계 (2) 이후에, 주약관 내부 압력을 서서히 대기압까지 내리고, 주약관을 개방하여 고융점 난연왁스가 주입된 목재 시험체를 회수하는 단계; 및

[0030] (4) 상기 단계 (3) 이후에, 회수한 고융점 난연왁스가 주입된 목재 시험체 내에 함유된 고융점 왁스를 상온에서 고화시키는 단계;를 포함하는 난연성 및 내후성을 증진시키기 위한 목재의 가공 방법에 관한 것이다.

[0031] 또한, 본 발명은 상기 목재의 가공 방법에 따라 가공하여 난연성 및 내후성이 증진된 목재에 관한 것이다.

[0032] 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.

[0033] **실시예 1. 난연약제를 포함하는 난연왁스의 제조**

[0034] ① 볼밀(Ball Mill)의 포트(실린더)에 FT 왁스를 넣고 뚜껑을 장착하였다. ② 내열성 실리콘 호스를 이용하여 볼밀의 실린더와 오일베스 써큘레이터를 연결하고 써큘레이터 오일 욕조에 실리콘 오일을 채웠다. ③ 써큘레이터의 온도조절기를 130℃로 설정하여 실리콘 오일을 순환시키며 볼밀의 실린더를 가열시켰다. ④ 포트에 넣은 고체상의 FT 왁스가 액상으로 녹은 것을 확인하고 나노 실리카 분말을 첨가하였다(왁스 100 중량부 대비 3 중량부를 첨가함). ⑤ 볼밀의 샤프트를 회전시키며(회전속도: 500rpm, 시간: 60분) 나노 실리카를 용융시킨 FT 왁스 용액 중에 균질하게 분산시켜 FT 왁스의 점도를 증가시켰다(평균 21.3cP → 평균 42.0cP로 점도 증가). ⑥ 난연약제 분말(왁스 100 중량부 대비 20 중량부를 첨가함)과 볼밀의 구성품인 볼을 포트에 넣고 샤프트를 회전시켜(회전속도: 500rpm) 볼과 약제 분말의 마찰을 이용하여 약제 분말을 분쇄(나노화 처리)하였다. ⑦ 난연약제가 나노화 크기로 분쇄되어 고융점 왁스 용액 중에 균질하게 분산되어 있고, 왁스 용액의 점도도 상승시켰다(난연왁스, 점도는 평균 42.0cP에서 91.4cP로 증가함). ⑧ FT 난연왁스를 회수하여 상온에서 고화(consolidation)시켰다.

[0035] 본 실시예 1에서, 샤프트를 회전시키는 Lab 스케일의 볼밀을 사용하였으나(도 1A), 포트(실린더)가 회전하는 볼밀 사용도 가능하며, 오일베스 써큘레이터의 오일 욕조에 실리콘 오일을 넣고 순환모터를 작동시켜 볼밀의 실린더에 오일이 채워지는 것을 확인(도 1B)하고 실린더 안에 포트를 넣어 장착하였다(도 1C).

[0036] 본 실시예 1에서 사용한 FT(Fischer-Tropsch) 왁스의 녹는 점은 115℃이다. 나노 실리카는 상품화되어 있는 에어로질(aerosil) 200(SiO_2 99.8이상, 제조사 Evonik)을 사용하였으며, 비표면적이 크고(200±25㎡/g) 입자가 작아(파티클 사이즈 12nm) 물과 같은 점도가 없는 수용액에도 가라앉지 않고 쉽게 분산되는 특성을 가지고 있다(도 1D).

[0037] 본 실시예 1에서, 1차적으로 나노 실리카를 넣는 것은 용융 왁스 용액의 점도를 높이기 위해서이다(증점제 역할). 용융 왁스의 점도를 높이면 2차로 첨가하는 무기 난연약제를 균질하게 분산시킬 수 있을 뿐만 아니라(약제 분말의 침전을 방지할 수 있음), 실리카는 난연성능을 가지고 있으므로, 제조한 난연왁스의 난연성능을 배가시키는 효과도 있다. 하지만, 나노 실리카를 3% 초과하여 첨가하는 경우, 제조되는 난연왁스의 점도가 지나치게 높아져 난연왁스의 목재 침투성이 저하되는 문제가 발생한다.

[0038] 액상의 용융 왁스에 첨가하는 무기 난연약제의 양은 고융점 왁스 중량 대비 20% 이하(고융점 왁스:난연약제 = 80:20의 중량비)인 것이 바람직하지만 이에 한정하지 않고, 볼밀의 성능(나노화 처리 용량)에 따라 양을 가감할 수 있으며, 포트에 넣는 총량은 포트 용량의 50% 이하로 하는 것이 바람직하지만 이에 한정하지 않는다.

[0039] 나노화 처리 시간은 난연약제가 혼합되어 있는 고융점 왁스 용액을 채취하여 고온에 정치시킨 후 층 분리(난연약제가 왁스 용액 밑바닥에 침전됨)가 일어나지 않는 시점까지의 시간으로(도 1E), 나노화 처리 후에 왁스 용액 중의 난연약제 입자 크기의 측정이 어려워 침전 유무로 평가하였다. 액체 중의 물질 입자 크기를 측정하는 입도분석기가 있으나, 이 기기는 상온의 액체 중에 분산되어 있는 입자의 크기만 측정할 수 있고, 본 발명에서 고온의 왁스 용액 중의 입자 크기는 측정이 불가능하므로, 입자의 침전 유무에 의해 평가하였다.

[0040] 본 발명의 실시예 1에서 실시한 Lab 스케일의 볼밀을 이용하는 경우, 30시간 처리 후에 침전이 발생하지 않았다. 층 분리(침전) 유무 확인은 왁스 용액이 녹는 점 이하의 온도로 내려가면 바로 굳어 확인이 불가능하기 때문에 반드시 고온(115℃ 이상) 환경(열풍순환건조기 내부 등)에서 하였다.

[0041] 볼밀 가공에 의해 난연약제 입자의 크기가 나노 단위까지 작아져 상대적으로 비표면적이 커지기 때문에 점도가 있는 왁스 용액 중에 침전되지 않고 분산되며, 제조된 난연왁스 용액의 점도도 상승하였다. 나노화 가공 전의 난연약제(10%(w/v)의 인산암모늄, 60%(w/v)의 황산암모늄, 10%(w/v)의 붕사 및 20%(w/v)의 붕산으로 구성된 4가지 혼합 난연 약제)의 입자 크기는 평균 100㎛ 전후이다. 장시간 고온에서 나노화 처리를 하기 때문에 왁스 용액은 점점 갈색으로 변하며, 고화시킨 난연왁스의 색상도 연한 갈색으로 변하였다(도 1F). 제조한 난연왁스는 고형화 상태로 보관하며, 필요에 따라 고온(115℃ 이상)에서 녹여 목재 난연처리(가압주입)에 사용하였다.

[0042] **실시예 2. 목재의 난연처리**

[0043] [목재 수종]

[0044] 교실, 강당 또는 체육관 등의 다중 이용시설의 바닥 플로어링재로 많이 사용하고 있는 수입 활엽수재인 단풍나무(hard maple) 판재를 이용하여 시험체를 제작하였다.

[0045] [목재 난연약제]

[0046] 난연성능이 우수하고 개발 역사가 깊은 혼합약제인 미날리스를 사용하였으며, 약제의 조성은 인산암모늄, 황산암모늄, 붕사 및 붕산으로 구성된다.

[0047] **a. 혼합 난연약제(미날리스) 단독처리**

[0048] 물에 용해시킨, 상기 20%(w/v)의 혼합 난연약제 용액를 사용하였으며, 난연약제 수용액의 가압주입 방법은 목재 약액처리에 적용하고 있는 통상의 충세포법으로 처리하였으며, 처리 공정은 다음과 같다.

[0049] ① 주약관 내에 목재 시험체를 투입하고 밀폐 → ② 주약관 내부를 감압하여 전배기(650~700㎜Hg, 30~60분) → ③ 주약관 내부로 용해시킨 난연약제를 투입(주약관 내부를 난연약제로 충만시킴) → ④ 가압 펌프를 이용하여 주약관 내부로 난연약제를 밀어 넣음(가압력 9~18kg/㎠, 3~6시간) → ⑤ 가압 정지 → ⑥ 난연약제 회수 → ⑦ 주약관 내부를 감압하여 후배기(650~700㎜Hg, 30~60분), 과잉으로 주입된 난연약제 회수 → ⑧ 상압 → ⑨ 난연약제가 가압주입된 목재 시험체 회수하였다.

[0050] **b. 고융점 난연왁스 처리 - 압력 기체를 이용한 고온 가압주입법**

[0051] 처리 농도: 20%(FT 왁스 용액 중의 난연약제인 미날리스 농도, 난연약제 처리 농도는 단독처리와 동일함)

[0052] ① 주약관 내에 설치되어 있는 왁스 욕조 안에 고형의 고융점 난연왁스 조각을 넣음 → ② 주약관의 온도 조절 장치를 이용하여 주약관의 내부 온도를 120℃까지 올려 난연왁스를 녹임 → ③ 용융 난연왁스 욕조 안에 목재 시험체를 설치하고 주약관 뚜껑을 닫고 밀폐 → ④ 주약관 내부로 압축 기체(질소)를 도입하여 가압(가압력 1.5Mpa, 2시간, 압력상승과 함께 주약관 내부 온도가 설정 온도보다 5~10℃ 상승함) → ⑤ 주약관 내부 압력을 서서히 대기압까지 내림 → ⑥ 주약관을 개방하고 고융점 난연왁스가 주입된 목재 시험체를 회수하고 상온에서 왁스를 고화시킴

[0053] **실시예 3. 난연 처리 시험체의 성능 평가**

[0054] (1) 난연 성능의 차이

[0055] 무처리, 난연약제 단독 처리 및 고융점 난연왁스를 처리한 시험체에 대해서 KS F ISO 17554 방법에 따라 질량손실열량계(TCA, Thermal Characteristic Analyser)를 이용하여 평균 착화시간과 중량감소율을 측정하여 비교하였다.

표 1

[0056] 각 처리 목재 시험체의 내후조작 전후의 난연 성능의 차이

처리 방법	평균 착화시간(초)		연소에 의한 평균 중량감소율(%)	
	내후조작 전	내후조작 후	내후조작 전	내후조작 후
무처리	12.5	-	24.0	-
혼합 난연약제 단독 처리	91.7	10.5	9.8	25.4
발명 기술 처리 (고융점 난연왁스 처리)	25.5	21.5	14.4	16.2

[0057] 표 1에 개시한 바와 같이 무처리 목재 시험체의 착화시간이 가장 빨랐으며, 난연처리 목재 시험체 중에서는 혼합 난연약제 단독처리가 고융점 난연왁스 처리 목재 시험체에 비하여 매우 늦은 착화시간을 보여 내후조작 전에는 높은 난연성능을 보였으나, 약제 단독처리 시험체의 경우 내후조작 후에는 착화가 매우 빨라 시험체로부터 수분에 의해 난연제 유효성분의 용탈이 많이 진행된 것으로 판단되었다. 한편, 고융점 난연왁스 처리 목재 시험체에서는 비록 난연약제 단독처리 시험체에 비하여 내후조작 전에는 착화 시간이 짧았으나, 내후조작 후에도 내후조작 전과 거의 동일한 수준의 착화시간을 보여 난연 유효성분의 용탈이 억제된 것으로 판단되었다.

[0058] 연소에 의해 발생한 중량 감소의 차이는 무처리 시험체에서 가장 크게 발생하였으며, 난연처리 목재 시험체 중에서 내후조작 전에는 불이 붙는데 시간이 오래 걸렸던 난연약제 단독처리 시험체의 중량감소가 상대적으로 작게 발생하였고, 내후조작 후의 중량감소 차이를 비교하면 약제 단독처리 목재 시험체에서는 약제 유효성분의 용탈이 많이 발생하여 무처리 목재 수준까지 연소에 의한 중량감소가 발생하였다.

[0059] 하지만, 본 발명에 따른 고융점 왁스처리 목재 시험체에서는 내후조작 후에도 중량감소 발생이 내후조작 전과 거의 같은 수준을 보여 약제 유효성분의 수분에 대한 용탈저항성이 매우 큰 것을 확인할 수 있었다.

[0060] 고융점 난연왁스 처리 목재 시험체의 경우, 내후조작 후에도 짧은 착화시간과 낮은 중량감소율을 나타낸 사실로부터 왁스 용액 중에 나노 사이즈로 분산되어 있는 수용성의 난연제 유효성분이 소수성을 갖는 왁스에 의해 용탈되는 현상이 억제되었다.

[0061] (2) 유효성분의 용탈저항성 확인

[0062] 난연약제 단독처리 및 고융점 난연왁스 처리 목재 중에 함유되어 있는 난연약제의 수분에 대한 용탈저항성의 차이를 조사하기 위하여 KS M 1701의 내후조작 시험 방법에 따라 내후조작을 실시한 후 유효성분 중에서 인(P)의 총 용탈량을 분광광도계를 이용하여 측정하였다.

[0063] 내후조작 중에 발생한 난연제 유효성분의 총 용탈량을 조사하여 표 2에 개시하였다.

표 2

[0064] 내후조작에 의해 발생한 인(P)의 총 용탈량

처리 방법	P 용탈량(mg/L)
혼합 난연약제 단독 처리	0.480
발명 기술 처리 (고융점 난연왁스 처리)	0.027

[0065] 그 결과, 고융점 난연왁스를 처리한 목재 시험편에서는 약제 단독처리 시험편에 비하여 월등하게 적은 양의 인이 용탈되어 높은 용탈저항성을 가지고 있다는 것을 확인하였다.

[0066] (3) 시험체 표면의 탄화 양상의 차이

[0067] 난연약제 단독처리와 고융점 난연왁스 처리 목재 시험편의 내후조작 유무에 따른 시험편 표면에서의 탄화 패턴의 차이를 조사하였다.

[0068] 연소시험 시간인 300초 후에 중량감소율을 조사한 시험체 표면의 탄화 패턴을 확인한 결과, 무처리 시험체의 탄화 패턴은 균열의 크기가 크고 골이 깊은 특징을 나타냈다.

[0069] 혼합 난연약제 단독처리 목재 시험체의 내후조작 전에는 균열의 크기가 무처리에 비하여 상대적으로 작고 골의 깊이도 얕은 패턴을 나타냈으나, 내후조작을 실시한 시험체에서는 균열의 크기가 내후조작 전보다 크고 종횡으로 갈라짐이 심하게 발생하여 탄화가 많이 진행된 것을 확인하였다.

[0070] 본 발명에 따른 고융점 난연왁스 처리 목재 시험체의 경우에는 내후조작을 실시한 시험체나 실시하지 않은 시험체 모두 무처리 또는 난연약제 단독처리에 비하여 균열의 크기가 작은 특징을 나타냈으며, 특히, 내후조작을 실시한 시험체에서도 균열의 크기가 상대적으로 작고 골의 깊이도 얕은 패턴을 나타내 내후조작 후에도 시험체 조직 중에 난연 성분이 많이 잔류되어 있다는 것을 확인하였다(도 2).

도면

도면1

(A)



Lab scale의 볼밀: ①볼밀 본체, ②오일 베스 써큘레이터, ③실린더, ④포트, ⑤ 샤프트

(B)



실린더 내부의 실리콘 오일

(C)



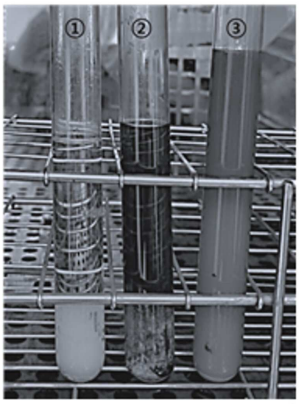
실리콘 오일이 들어있는 실린더에 포트와 샤프트 장착

(D)



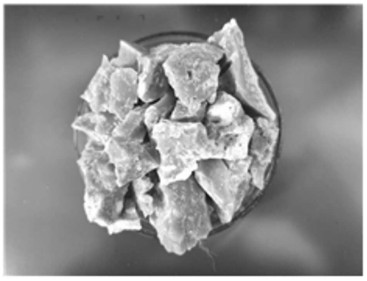
포트에 고융점 왁스 넣음

(E)



나노화 처리 시간 별 왁스 용액 중 난연 약제의 분산 상태: ①난연 약제 혼합 직후, ②24시간 후, ③36시간 후

(F)



제조한 난연 왁스

도면2

처리 방법	내후조작 전	내후조작 후
무처리		
혼합 난연약제 단독 처리		
발명 기술 처리 (고융점 난연왁스 처리)		