

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2017년 1월 26일 (26.01.2017)



(10) 국제공개번호
WO 2017/014383 A1

- (51) 국제특허분류:
C09K 21/12 (2006.01) C08K 3/00 (2006.01)
C08B 37/08 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2016/000626
- (22) 국제출원일: 2016년 1월 21일 (21.01.2016)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:
10-2015-0101473 2015년 7월 17일 (17.07.2015) KR
- (71) 출원인: 창원대학교 산학협력단 (CHANGWON NATIONAL UNIVERSITY INDUSTRY ACADEMY CO-OPERATION CORPS) [KR/KR]; 51140 경상남도 창원시 의창구 창원대학로 20(퇴촌동), Gyeongsangnam-do (KR).
- (72) 발명자: 송정일 (SONG, Jung-il); 51467 경상남도 창원시 성산구 창이대로 881 번길 8, 206 동 802 호(대방동, 대방디지털황토아파트), Gyeongsangnam-do (KR). 무추코타 나렌드라프라바카 (MUCHUKOTA NAREN-

DRA, Prabhakar); 51140 경상남도 창원시 의창구 창원대학로 20(퇴촌동), Gyeongsangnam-do (KR).

(74) 대리인: 특허법인 남촌 (NAMCHON PATENT & LAW FIRM); 51395 경상남도 창원시 의창구 창원대로 18 번길 46, 717 호(팔용동), Gyeongsangnam-do (KR).

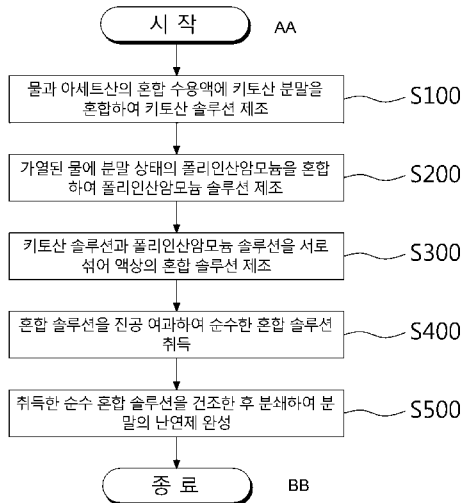
(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,

[다음 쪽 계속]

(54) Title: FLAME RETARDANT AND PREPARATION METHOD THEREFOR

(54) 발명의 명칭 : 난연제 및 그 제조방법



S100 ... Prepare chitosan solution by mixing chitosan powder and aqueous solution mixture of water and acetic acid
S200 ... Prepare ammonium polyphosphate solution by mixing ammonium polyphosphate powder and heated water
S300 ... Prepare liquid mixture solution by mixing chitosan solution and ammonium polyphosphate solution
S400 ... Obtain pure mixture solution by vacuum filtering mixture solution
S500 ... Complete flame retardant powder by drying obtained pure mixture solution, and then pulverizing same
AA ... Start
BB ... End

(57) Abstract: The present invention provides a method for preparing a flame retardant, comprising: a chitosan solution preparation step of preparing a chitosan solution by mixing chitosan powder or pieces in acetic acid-added water of room temperature and continuously mixing so as to dissolve the same; an ammonium polyphosphate solution preparation step of preparing an ammonium polyphosphate solution by mixing an ammonium polyphosphate powder in heated water and continuously mixing so as to dissolve the same; a mixture solution preparation step of preparing a liquid mixture solution by mixing the prepared chitosan solution and the ammonium polyphosphate solution in a high-temperature environment; a pure solution obtaining step of obtaining a pure mixture solution by obtaining, by vacuum filtering the prepared mixture solution, a molten product from which un-molten products are removed, and then washing the molten product with distilled water; and a flame retardant completion step of preparing a flame retardant powder by removing water by drying the obtained pure mixture solution at a high temperature, and then pulverizing the same, and thereby enabling a flame retardant, which has more excellent physical properties while being environmentally friendly and has more excellent flame retardancy, to be provided.

(57) 요약서:

[다음 쪽 계속]

WO 2017/014383 A1



TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, **공개:**

ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

본 발명은 아세트산(acetic acid)이 첨가된 실온 상태의 물에 분말 혹은, 조각 상태의 키토산(chitosan)을 혼합함과 더불어 지속적으로 섞어 용해시킴으로써 키토산 솔루션을 제조하는 키토산 솔루션 제조단계; 가열된 물에 분말 상태의 폴리인산암모늄(Ammounim PolyPhosphate)을 혼합함과 더불어 지속적으로 섞어 용해시킴으로써 폴리인산암모늄 솔루션을 제조하는 폴리인산암모늄 솔루션 제조단계; 상기 제조된 키토산 솔루션과 상기 폴리인산암모늄 솔루션을 고온의 환경에서 서로 섞어 액상의 혼합 솔루션을 제조하는 혼합 솔루션 제조단계; 상기 제조된 혼합 솔루션을 진공 여과(vacuum filtration)하여 미용용물이 제거된 용융물을 얻은 다음 상기 용융물을 증류수로 세척하여 순수한 혼합 솔루션을 취득하는 순수 솔루션 취득단계; 상기 취득한 순수 혼합 솔루션을 고온에서 건조시켜 수분을 제거한 후 분쇄시켜 분말 상태의 난연제로 제조하는 난연제 완성단계:를 포함하여 진행됨을 특징으로 하는 난연제 제조방법을 제공하며, 이를 통해 친환경적이면서도 물리적 물성이 더욱 우수하고, 난연 성능이 더욱 우수한 난연제를 제공할 수 있도록 한 것이다.

명세서

발명의 명칭: 난연제 및 그 제조방법

기술분야

- [1] 본 발명은 난연제에 관련된 것으로서, 더욱 상세하게는 친환경적이면서도 물리적 물성이 더욱 우수하고, 난연 성능이 더욱 우수한 난연제를 제공할 수 있도록 한 새로운 방식의 난연제 및 그 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 일반적으로 난연제는 연소하기 쉬운 성질을 가진 고분자 재료에 할로젠, 인, 질소, 그리고 금속화합물 등 난연성 부여효과가 큰 화합물을 첨가함으로써 발화를 늦추고, 연소의 확대를 막아주는 물질이다.
- [3] 이와 같은 난연제는 크게 할로젠계 난연제와, 비할로젠계 난연제 및 무기계 난연제로 구분되고 있으며, 상기 할로젠계 난연제의 경우는 환경 오염을 유발하는 할로젠계의 물질을 사용하기 때문에 그 사용을 줄이는 반면 비할로젠계의 난연제에 대한 사용 및 개발이 점차적으로 증가하고 있다.
- [4] 여기서, 상기 비할로젠계 난연제는 인계 난연제가 대표적이며, 이러한 인계 난연제는 연소과정에서 가연성물질과 반응해 고분자 표면에 탄화막(carbonaceous layer)을 형성하고, 이 탄화막에 의해 연소에 필요한 산소를 차단함으로써 난연 효과를 얻도록 이루어진다.
- [5] 이러한 인계 난연제 중 폴리인산암모늄(APP: Ammonium Polyphosphate)을 사용하는 난연제에 관련하여는 등록특허 제10-0190204호, 등록특허 제10-0158978호, 등록특허 제10-0485722호, 공개특허 제0-2006-0085548호, 등록특허 제10-0807431호 등에 개시된 바와 같다.
- [6] 하지만, 전술된 폴리인산암모늄의 경우에는 발포 성능(blowing source)을 가지고 있기 때문에 난연제로써 주로 사용되고 있으나, 난연제를 만족하기 위한 탄화막의 형성을 위한 성능이 부족함과 더불어 물리적 물성도 높지 못하기 때문에 상기 탄화막의 원활한 형성 및 물리적 물성 향상을 위한 물질의 추가적 혼합이 이루어져야 하나, 이렇게 첨가되는 물질들은 친환경적이지 못함과 더불어 제조 단가가 비싸고 상기 폴리인산암모늄과의 혼합이 원활히 이루어지지 못함에 따라 더욱 우수한 난연 성능 및 물리적 물성의 향상을 이루지 못하였다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [7] 본 발명은 전술된 종래 기술에 따른 각종 문제점을 해결하기 위해 안출된 것으로서, 본 발명의 목적은 친환경적이면서도 물리적 물성이 우수하고, 난연 성능이 우수한 난연제를 제공할 수 있도록 한 새로운 난연제 및 그 제조방법을 제공하는데 있다.

과제 해결 수단

- [8] 상기한 목적을 달성하기 위한 본 발명의 난연제는 아세트산을 이용하여 물에 키토산을 용해함으로써 이루어진 키토산 솔루션 및 고온의 물에 폴리인산암모늄을 용해함으로써 이루어진 폴리인산암모늄을 각각 취득하여 상기 두 솔루션을 서로 혼합한 후 건조 및 분쇄하여 얻도록 한 것임을 특징으로 한다.
- [9] 그리고, 상기한 목적을 달성하기 위한 본 발명의 난연제 제조방법에 따르면 아세트산(acetic acid)이 첨가된 실온 상태의 물에 분말 혹은, 조각 상태의 키토산(chitosan)을 혼합함과 더불어 지속적으로 섞어 용해시킴으로써 키토산 솔루션을 제조하는 키토산 솔루션 제조단계; 가열된 물에 분말 상태의 폴리인산암모늄(Ammounim PolyPhosphate)을 혼합함과 더불어 지속적으로 섞어 용해시킴으로써 폴리인산암모늄 솔루션을 제조하는 폴리인산암모늄 솔루션 제조단계; 상기 제조된 키토산 솔루션과 상기 폴리인산암모늄 솔루션을 고온의 환경에서 서로 섞어 액상의 혼합 솔루션을 제조하는 혼합 솔루션 제조단계; 상기 제조된 혼합 솔루션을 고온에서 건조시켜 수분을 제거한 후 분쇄시켜 분말 상태의 난연제로 제조하는 난연제 완성단계:를 포함하여 진행됨을 특징으로 한다.
- [10] 여기서, 상기 키토산 솔루션 제조단계에서 상기 실온 상태의 물에 첨가되는 아세트산은 1.5~2.5%v/v 범위 내에서 해당 키토산 솔루션의 pH가 7.5미만을 이루도록 첨가됨을 특징으로 한다.
- [11] 또한, 상기 폴리인산암모늄 솔루션 제조단계에서 상기 분말 상태의 폴리인산암모늄이 혼합되는 물은 70~90°C 온도 범위를 유지하도록 함을 특징으로 한다.
- [12] 또한, 상기 혼합 솔루션 제조단계에서는 70~90°C 온도의 질소 분위기(nitrogen atomosphere)를 유지하면서 수행함을 특징으로 한다.
- [13] 또한, 상기 혼합 솔루션 제조단계의 수행 후에는 상기 제조된 혼합 솔루션을 진공 여과(vacuum filtration)하여 미용융물이 제거된 용융물을 얻은 다음 상기 용융물을 증류수로 세척하여 순수한 혼합 솔루션을 취득하는 순수 솔루션 취득단계가 더 수행되며, 상기 난연제 완성단계에서는 상기 취득된 순수한 혼합 솔루션을 건조하여 수분을 제거함을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [14] 이상에서와 같이 본 발명의 제조방법을 통해 제조된 새로운 난연제는 기존의 폴리인산암모늄만으로 이루어진 난연제에 비해 키토산이 제공하는 탄화 특성 및 물성의 추가 제공에 따른 난연 성능의 향상을 이룰 수 있게 되며, 특히 상기 키토산의 경우는 생분해가 원활히 이루어질 수 있는 친환경적인 재질임과 더불어 비교적 쉽게 구할 수 있는 저렴한 물질이기 때문에 최소한의 비용으로 최대한의 난연 성능을 얻을 수 있게 된 효과를 가진다.

- [15] 특히, 본 발명의 난연제 제조방법은 아세트산의 추가 제공에 의해 키토산 분말이 물에 원활히 용해될 수 있게 되어 키토산 솔루션을 얻을 수 있게 됨과 더불어 이러한 키토산 솔루션과 폴리인산암모늄 솔루션의 원활한 혼합이 이루어질 수 있기 때문에 우수한 품질의 난연제를 얻을 수 있게 된 효과를 가진다.

도면의 간단한 설명

- [16] 도 1은 본 발명의 난연제 제조방법을 설명하기 위해 나타낸 순서도
- [17] 도 2는 본 발명의 난연제 제조방법 중 키토산 솔루션의 제조 과정 및 그에 따른 분자 구조를 설명하기 위해 나타낸 상태도
- [18] 도 3은 본 발명의 난연제 제조방법 중 폴리인산암모늄 솔루션의 제조 과정 및 그에 따른 분자 구조를 설명하기 위해 나타낸 상태도
- [19] 도 4는 본 발명의 난연제 제조방법 중 혼합 솔루션의 제조 과정 및 그에 따른 분자 구조를 설명하기 위해 나타낸 상태도
- [20] 도 5는 본 발명의 난연제 제조방법에 의해 제조된 난연제의 작용을 설명하기 위해 나타낸 상태도
- [21] 도 6은 폴리인산암모늄(APP)에 대한 스펙트럼 분석 결과를 설명하기 위해 나타낸 그래프
- [22] 도 7은 키토산(Chitosan)에 대한 스펙트럼 분석 결과를 설명하기 위해 나타낸 그래프
- [23] 도 8은 본 발명의 난연제 제조방법에 의해 제조된 난연제의(NFR:Novel Flame Retardant)에 대한 스펙트럼 분석 결과를 설명하기 위해 나타낸 그래프

발명의 실시를 위한 최선의 형태

- [24] 이하, 본 발명의 난연제 및 그 제조방법을 첨부된 도 1 내지 도 8을 참조하여 설명하도록 한다.
- [25] 첨부된 도 1은 본 발명의 난연제 제조방법을 설명하기 위해 나타낸 순서도이다.
- [26] 이러한 순서도에 도시된 바와 같이 본 발명의 난연제 제조방법은 크게 키토산 솔루션 제조단계(S100)와, 폴리인산암모늄 솔루션 제조단계(S200)와, 혼합 솔루션 제조단계(S300)와, 순수 솔루션 취득단계(S400) 및 난연제 완성단계(S500)를 포함하여 진행됨을 제시한다.
- [27] 이러한 각 단계를 통해 난연제를 제조하는 과정에 대하여 상기 각 단계별로 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.
- [28] 먼저, 상기 키토산 솔루션 제조단계(S100)를 통해 키토산 솔루션(chitosan solution)을 제조한다.
- [29] 이와 같은 키토산 솔루션 제조단계(S100)는 아세트산(acetic acid)이 첨가된 실온 상태의 물(water)에 분말(혹은, 조각) 상태의 키토산(chitosan)을 혼합함과 더불어 지속적으로 섞어 용해시킴으로써 수행되며, 이는 첨부된 도 2에 도시된 바와 같다.

- [30] 이때, 상기한 아세트산은 단순히 물에 키토산 분말을 혼합하게 될 경우 해당 키토산 분말의 용융이 이루어지지 않기 때문에 이러한 키토산 분말이 상기 물에 용융될 수 있도록 녹이기 위해 제공된다.
- [31] 이러한 아세트산은 대략 1.5~2.5%(v/v)만큼 혼합함이 가장 바람직하며, 이는 키토산 솔루션의 과도한 산성화를 방지하면서도 상기 키토산이 물에 충분히 용해될 수 있도록 하기 위함이다. 즉, 상기 아세트산의 함유량이 2.5%(v/v)를 초과할 경우 해당 키토산 솔루션의 pH가 7.5를 초과할 우려가 발생되어 차후 폴리인산암모늄 솔루션과의 혼합시 암모니아의 발생이 야기될 수 있다는 우려를 가지며, 상기 아세트산의 함유량이 1.5%(v/v) 미만일 경우에는 키토산의 용융이 원활히 이루어지지 못하여 추후 순수 용융물 취득단계에서 많은 잔존물에 의한 키토산 함유량의 저하가 발생할 우려를 가지기 때문에 상기 아세트산은 대략 1.5~2.5%(v/v)만큼 혼합함이 가장 바람직한 것이다.
- [32] 또한, 상기한 키토산 솔루션 제조단계(S100)와는 별도로 폴리인산암모늄 솔루션 제조단계(S200)를 통해 폴리인산암모늄 솔루션(Ammounim PolyPhosphate solution)을 제조한다.
- [33] 이와 같은 폴리인산암모늄 솔루션 제조단계(S200)는 가열된 물에 분말 상태의 폴리인산암모늄(Ammounim PolyPhosphate)을 혼합함과 더불어 지속적으로 섞어 용해시킴으로써 폴리인산암모늄 솔루션을 제조하며, 이는 첨부된 도 3에 도시된 바와 같다.
- [34] 여기서, 상기 가열된 물이라 함은 대략 70~90°C 사이의 온도를 이루도록 가열된 증류수이며, 이렇게 가열된 물을 사용하여야만 상기 폴리인산암모늄 분말이 상기 물에 원활히 용해될 수 있게 된다. 물론 70°C 미만의 상온에서도 상기 폴리인산암모늄 분말이 상기 물에 용해될 수는 있으나, 이의 경우 상당히 오랜 시간 동안 지속적으로 저어 주어야만 하기 때문에 효율이 매우 떨어지게 되고, 90°C를 초과한 물의 경우는 과도하게 고온임에 따른 폴리인산암모늄의 물성 변화가 우려될 수 있기 때문에 바람직하지는 않다.
- [35] 그리고, 상기한 두 단계(S100, S200)를 통해 키토산 솔루션 및 폴리인산암모늄 솔루션이 각각 제조되면 상기 두 솔루션을 고온의 환경에서 서로 섞어 액상의 혼합 솔루션을 제조하는 혼합 솔루션 제조단계(S300)를 수행한다.
- [36] 이와 같은 혼합 솔루션 제조단계(S300)에서는 70~90°C 온도의 질소 분위기(nitrogen atmosphere)를 유지하면서 수행함이 두 솔루션의 안정적인 융합 및 난연제의 산화를 방지하는데 있어서 더욱 바람직하며, 이는 첨부된 도 4에 도시된 바와 같다.
- [37] 그리고, 상기 혼합 솔루션 제조단계(S300)가 완료되면 상기 제조된 혼합 솔루션으로부터 순수한 혼합 솔루션만을 취득하는 순수 솔루션 취득단계(S400)를 수행한다.
- [38] 이와 같은 순수 솔루션 취득단계(S400)는 상기 혼합 솔루션을 진공 여과(vacuum filtration)하여 미용융물(예컨대, 덩어리 상태의 키토산이나

폴리인산암모늄 등)이 제거된 용융물을 얻은 다음 상기 용융물을 증류수로 세척함으로써 순수한 혼합 솔루션을 취득하게 된다.

[39] 이후, 상기 취득된 혼합 솔루션을 고온에서 건조시켜 수분을 제거한 후 분쇄시켜 분말 상태의 난연제로 제조하는 난연제 완성단계(S500)를 수행한다.

[40] 이때, 상기 난연제 완성단계(S500)에서는 상기 취득된 순수한 혼합 솔루션을 오븐에서 70°C 이상의 온도로 건조하여 수분을 제거한 다음 불밀을 이용하여 분쇄함으로써 미세한 분말 상태의 난연제가 제조될 수 있도록 한다.

[41] 결국, 전술된 각 단계들의 순차적인 진행을 통해 키토산과 폴리인산암모늄이 혼합된 새로운 난연제를 얻을 수 있게 되며, 이러한 새로운 난연제의 작용에 대하여는 첨부된 도 5에 도시된 바와 같다.

[42] 다음은, 전술된 본 발명의 난연제 제조방법에 따라 난연제를 제조하는 과정에 대한 실시예를 설명하도록 한다.

[43] [실시예 1]

[44] **1. 키토산 솔루션 제조**

[45] 98ml의 증류수에 2ml의 아세트산을 혼합한 상태에서 5g의 키토산 분말을 섞고 실온에서 12시간 동안 600rpm의 속도로 교반하여 키토산 솔루션을 제조한다.

[46] 여기서, 상기 아세트산은 상기 키토산 솔루션의 요구되는 pH 정도에 따라 그 첨가량이 가감될 수 있다.

[47] **2. 폴리인산암모늄 솔루션 제조**

[48] 100ml의 증류수를 80°C에 이르기까지 가열한 후 이 가열된 증류수에 1g의 폴리인산암모늄을 첨가하고, 12시간 동안 600rpm의 속도로 교반하여 폴리인산암모늄 솔루션을 제조한다.

[49] **3. 혼합 솔루션 제조**

[50] 준비된 두 솔루션을 3구 플라스크(three neck distillation flask)에 투입한 후 80°C의 질소 분위기(nitrogen atmosphere)에서 12시간 동안 700rpm의 속도로 교반하여 혼합 솔루션을 제조한다.

[51] **4. 순수 솔루션 취득**

[52] 제조된 혼합 솔루션을 실온에서 냉각시킨 후 이 냉각된 혼합 솔루션을 진공 여과(vacuum filtration)하여 미용융물(예컨대, 덩어리 상태의 키토산이나 폴리인산암모늄 등)을 제거하고, 이렇게 미용융물이 제거된 혼합 솔루션을 증류수로 세척함으로써 순수한 혼합 솔루션을 취득한다.

[53] **5. 난연제 완성**

[54] 취득한 순수 혼합 솔루션을 오븐(oven)에서 70°C로 24시간 건조시켜 수분을 제거하고, 이후 불밀로 분쇄시켜 분말 상태의 난연제를 완성한다.

[55] **6. 스펙트럼 분석**

[56] 완성된 난연제에 대한 에너지 분포를 확인하기 위해 스펙트럼 분석을 실시하였으며, 이러한 스펙트럼 분석은 폴리인산암모늄(APP)과, 키토산(Chitosan) 및 새로운 난연제(NFR:Novel Flame Retardant) 별로 각각

개별적인 실험을 실시하였다.

[57] 이에 관련하여는 첨부된 도 6 내지 도 8에 도시된 바와 같다.

[58] 즉, 상기한 도면들의 그래프를 통해 알 수 있듯이, 본 발명의 새로운 난연제는 폴리인산암모늄이나 키토산 만을 사용하였을 때의 특성을 동시에 가질 뿐만 아니라 더욱 향상된 물성을 가지게 되었다는 것을 알 수 있다.

[59]

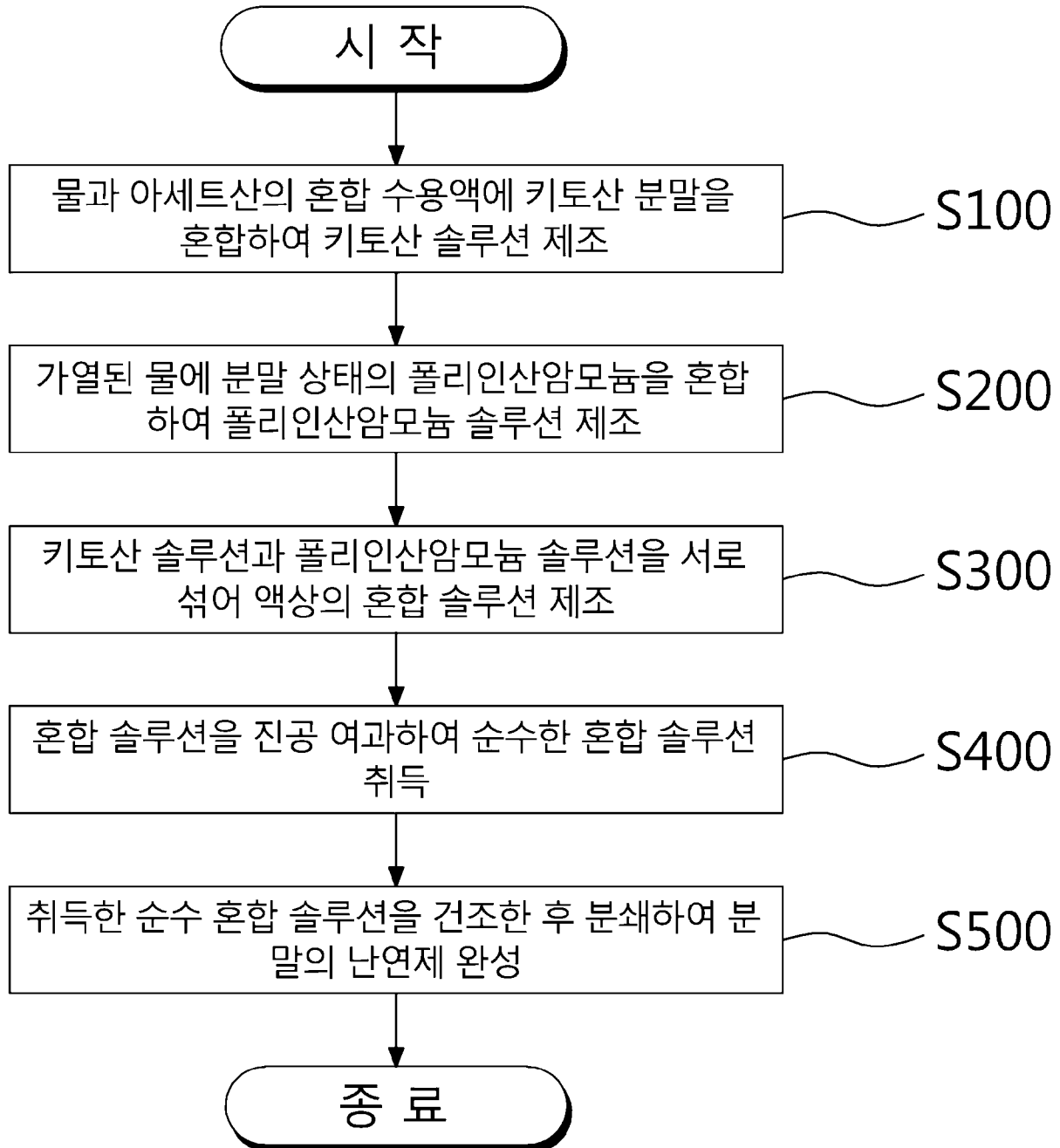
[60] 이렇듯, 본 발명의 제조방법을 통해 제조된 새로운 난연제는 기존의 폴리인산암모늄만으로 이루어진 난연제에 비해 키토산이 제공하는 탄화 특성 및 물성의 추가 제공에 따른 난연 성능의 향상을 이룰 수 있게 되며, 특히 상기 키토산의 경우는 생분해가 원활히 이루어질 수 있는 친환경적인 재질임과 더불어 비교적 쉽게 구할 수 있는 저렴한 물질이기 때문에 최소한의 비용으로 최대한의 난연 성능을 얻을 수 있게 된다.

[61] 특히, 본 발명의 난연제 제조방법은 아세트산의 추가 제공에 의해 키토산 분말이 물에 원활히 용해될 수 있게 되어 키토산 솔루션을 얻을 수 있게 됨과 더불어 이러한 키토산 솔루션과 폴리인산암모늄 솔루션의 원활한 혼합이 이루어질 수 있기 때문에 우수한 품질의 난연제를 얻을 수 있게 된다.

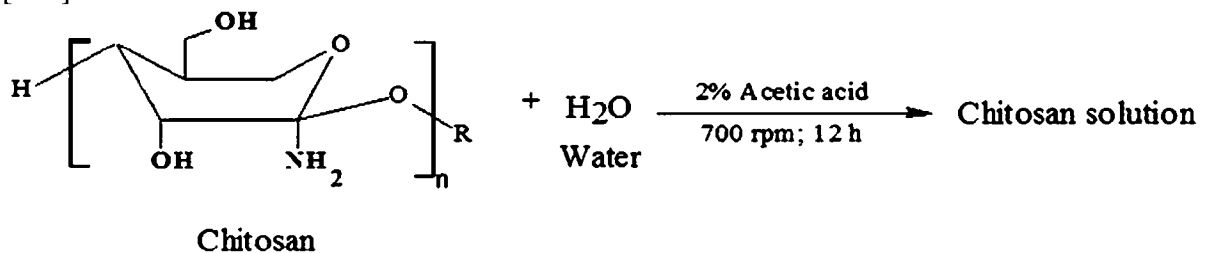
청구범위

- [청구항 1] 아세트산(acetic acid)이 첨가된 실온 상태의 물에 분말 혹은, 조각 상태의 키토산(chitosan)을 혼합함과 더불어 지속적으로 섞어 용해시킴으로써 키토산 솔루션을 제조하는 키토산 솔루션 제조단계;
가열된 물에 분말 상태의 폴리인산암모늄(Ammounim PolyPhosphate)을 혼합함과 더불어 지속적으로 섞어 용해시킴으로써 폴리인산암모늄 솔루션을 제조하는 폴리인산암모늄 솔루션 제조단계;
상기 제조된 키토산 솔루션과 상기 폴리인산암모늄 솔루션을 고온의 환경에서 서로 섞어 액상의 혼합 솔루션을 제조하는 혼합 솔루션 제조단계;
상기 제조된 혼합 솔루션을 고온에서 건조시켜 수분을 제거한 후 분쇄시켜 분말 상태의 난연제로 제조하는 난연제 완성단계:를 포함하여 진행됨을 특징으로 하는 난연제 제조방법.
- [청구항 2] 제 1 항에 있어서,
상기 키토산 솔루션 제조단계에서 상기 실온 상태의 물에 첨가되는 아세트산은 1.5~2.5%v/v 범위 내에서 해당 키토산 솔루션의 pH가 7.5미만을 이루도록 첨가됨을 특징으로 하는 난연제 제조방법.
- [청구항 3] 제 1 항에 있어서,
상기 폴리인산암모늄 솔루션 제조단계에서 상기 분말 상태의 폴리인산암모늄이 혼합되는 물은 70~90°C 사이의 범위를 유지하도록 함을 특징으로 하는 난연제 제조방법.
- [청구항 4] 제 1 항에 있어서,
상기 혼합 솔루션 제조단계에서는 70~90°C 온도의 질소 분위기(nitrogen atomosphere)를 유지하면서 수행함을 특징으로 하는 난연제 제조방법.
- [청구항 5] 제 1 항에 있어서,
상기 혼합 솔루션 제조단계의 수행 후에는 상기 제조된 혼합 솔루션을 진공 여과(vacuum filtration)하여 미용융물이 제거된 용융물을 얻은 다음 상기 용융물을 증류수로 세척하여 순수한 혼합 솔루션을 취득하는 순수 솔루션 취득단계가 더 수행되며,
상기 난연제 완성단계에서는 상기 취득된 순수한 혼합 솔루션을 건조하여 수분을 제거함을 특징으로 하는 난연제 제조방법.
- [청구항 6] 아세트산을 이용하여 물에 키토산을 용해함으로써 이루어진 키토산 솔루션 및 고온의 물에 폴리인산암모늄을 용해함으로써 이루어진 폴리인산암모늄을 각각 취득하여 상기 두 솔루션을 서로 혼합한 후 건조 및 분쇄하여 얻은 난연제.

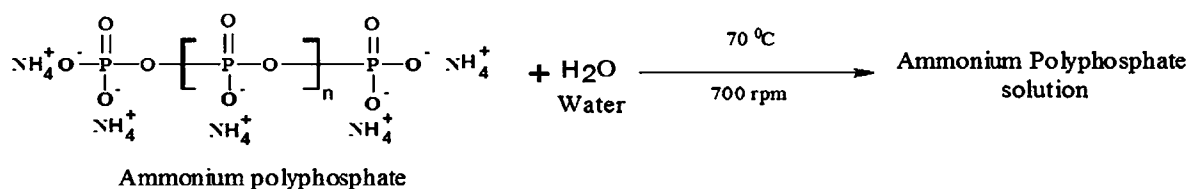
[도1]



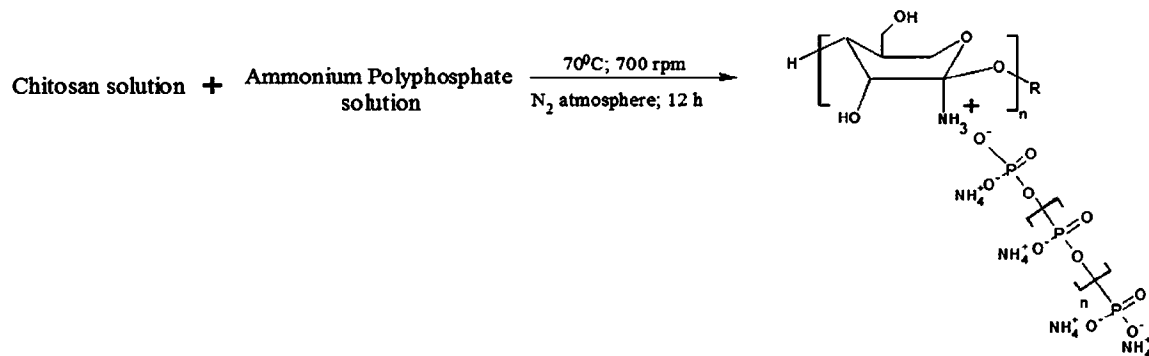
[도2]



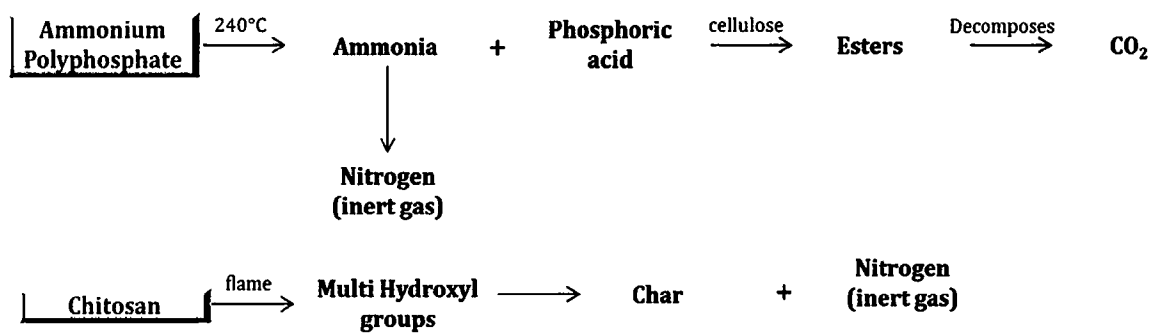
[도3]



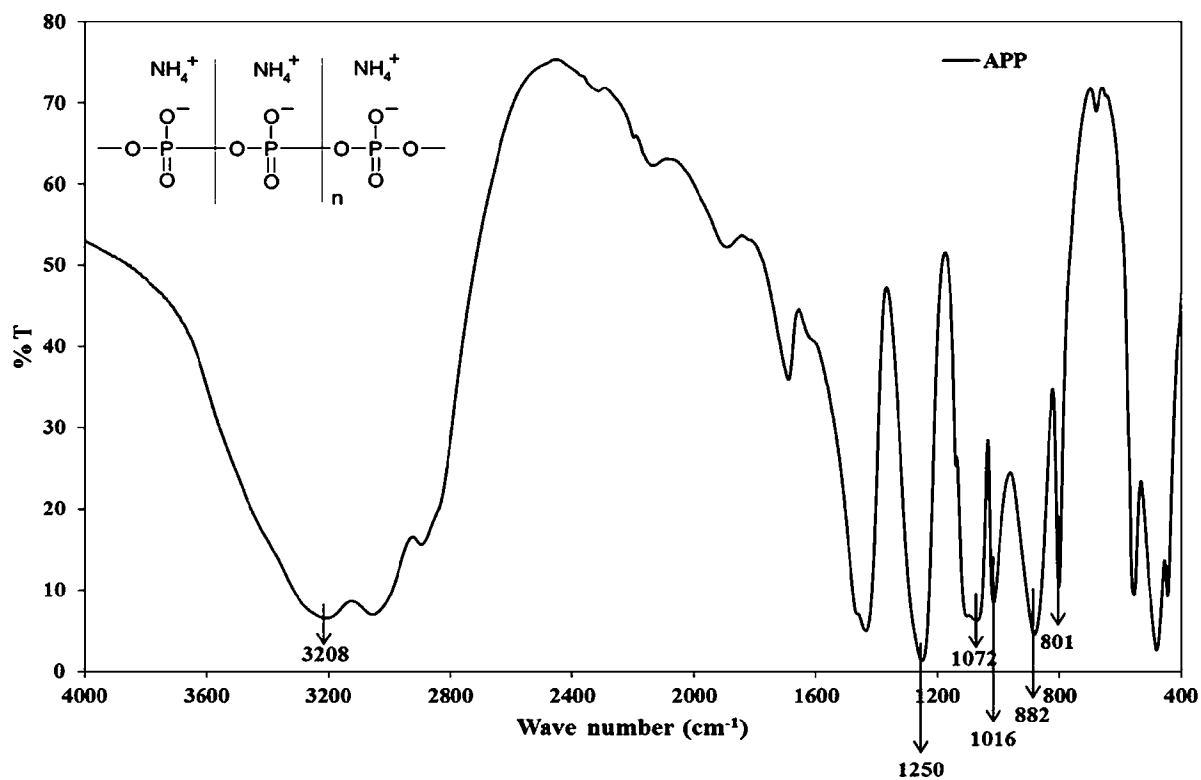
[도4]



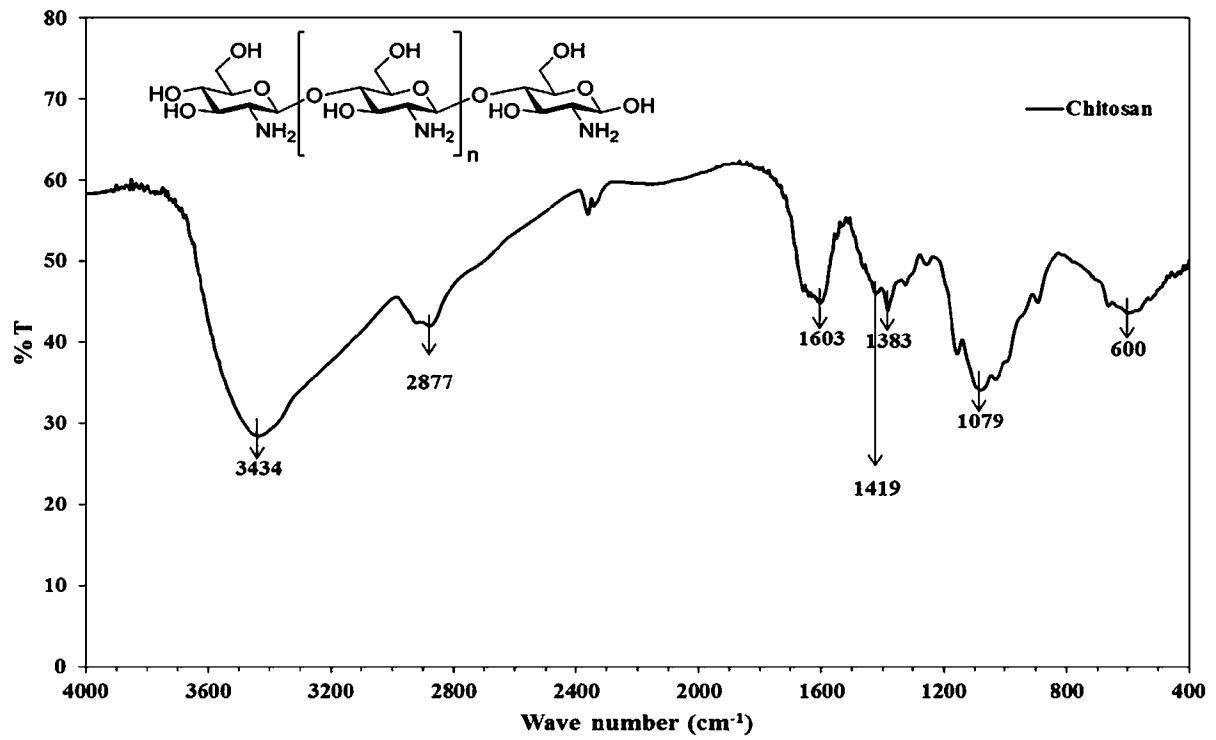
[도5]



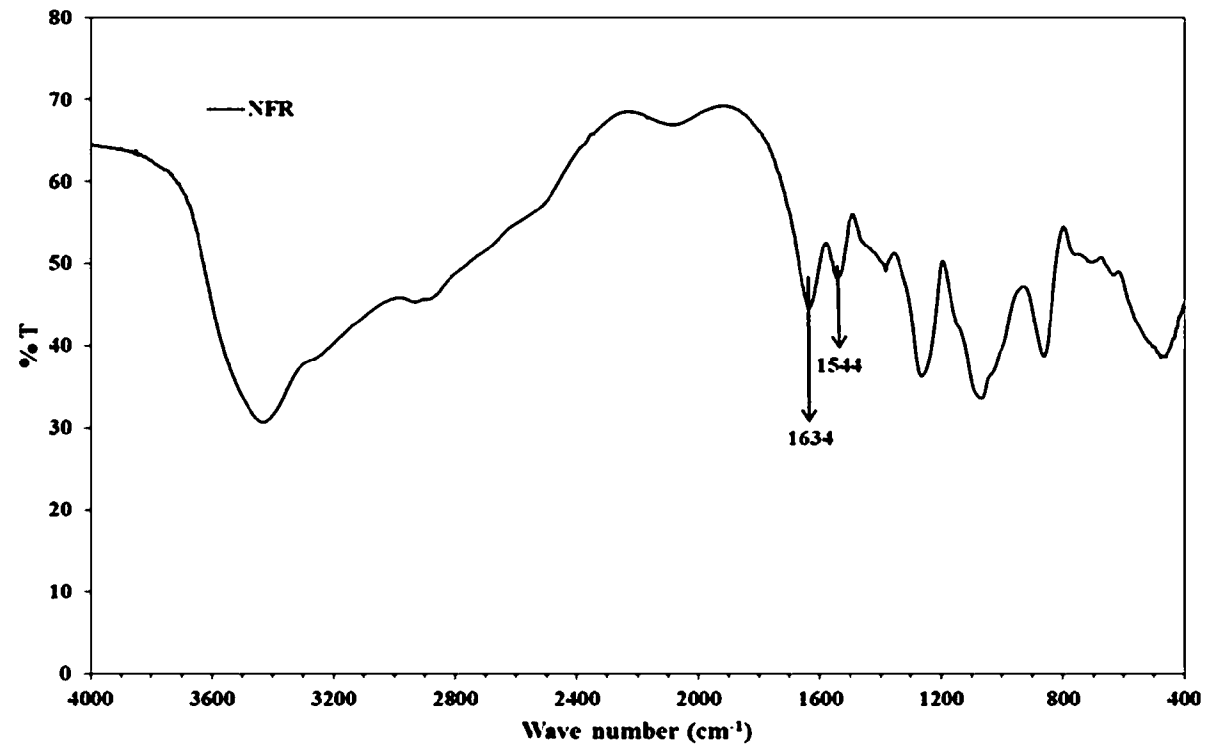
[도6]



[도7]



[도8]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2016/000626**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER*****C09K 21/12(2006.01)i, C08B 37/08(2006.01)i, C08K 3/00(2006.01)i***

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09K 21/12; A47H 23/02; D02J 1/22; C08L 67/00; A47H 23/12; C08L 1/02; D01D 5/06; C08K 5/00; C08B 37/08; C08K 3/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: flame retardant, flame retardant, non-flammable, chitosan, acetic acid, ammonium polyphosphate, environmentally friendly, environment-friendly

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	KR 10-1317298 B1 (CHA, Wha Sin) 10 October 2013 See paragraphs [0002], [0031].	1-6
A	FANG, F. et al., "Intumescent Flame Retardant Coatings on Cotton Fabric of Chitosan and Ammonium Polyphosphate via Layer-by-layer Assembly.", Surface and Coatings Technology. January 2015, vol. 262, pages 9-14. (Published Online on 13 November 2014) See page 10.	1-6
A	KR 10-2009-0124083 A (TEXAN MEDTECH CO., LTD.) 03 December 2009 See paragraphs [0023], [0024]; claims 1-3; example 1.	1-6
A	KR 10-2011-0020258 A (RICOH CO., LTD.) 02 March 2011 See claim 1; specific example 1.	1-6
A	KR 10-0489733 B1 (HYOSUNG LIVING INDUSTRY CO., LTD.) 12 October 2005 See claim 1; example 1.	1-6



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

29 APRIL 2016 (29.04.2016)

Date of mailing of the international search report

29 APRIL 2016 (29.04.2016)

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2016/000626

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-1317298 B1	10/10/2013	NONE	
KR 10-2009-0124083 A	03/12/2009	KR 10-0989073 B1	25/10/2010
KR 10-2011-0020258 A	02/03/2011	AU 2009-264661 A1	07/01/2010
		EP 2294140 A1	16/03/2011
		JP 2010-031229 A	12/02/2010
		JP 2010-031230 A	12/02/2010
		JP 5423058 B2	19/02/2014
		US 2011-0105649 A1	05/05/2011
		US 8481618 B2	09/07/2013
		WO 2010-001746 A1	07/01/2010
KR 10-0489733 B1	12/10/2005	NONE	

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

C09K 21/12(2006.01)i, C08B 37/08(2006.01)i, C08K 3/00(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

C09K 21/12; A47H 23/02; D02J 1/22; C08L 67/00; A47H 23/12; C08L 1/02; D01D 5/06; C08K 5/00; C08B 37/08; C08K 3/00

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC
일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 난연제, 방염제, 불연제, 키토산, 아세트산, 폴리인산암모늄, 친환경, 환경친화

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
X	KR 10-1317298 B1 (차화신) 2013.10.10 단락 [0002], [0031] 참조.	1-6
A	FANG, F. 등, 'Intumescent flame retardant coatings on cotton fabric of chitosan and ammonium polyphosphate via layer-by-layer assembly.' Surface and Coatings Technology. 2015년 01월, 262권, 페이지 9-14. (2014.11.13 온라인 공개) 페이지 10 참조.	1-6
A	KR 10-2009-0124083 A (텍산메드테크(주)) 2009.12.03 단락 [0023], [0024]; 청구항 1-3; 실시예 1 참조.	1-6
A	KR 10-2011-0020258 A (가부시키가이샤 리코) 2011.03.02 청구항 1; 구체에 1 참조.	1-6
A	KR 10-0489733 B1 (주식회사 효성생활산업) 2005.10.12 청구항 1; 실시예 1 참조.	1-6

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

"A" 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

"T" 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

"E" 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

"X" 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

"L" 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

"Y" 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

"O" 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

"&" 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

"P" 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

국제조사의 실제 완료일

2016년 04월 29일 (29.04.2016)

국제조사보고서 발송일

2016년 04월 29일 (29.04.2016)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소

대한민국 특허청
(35208) 대전광역시 서구 청사로 189,
4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 +82-42-481-8578

심사관

김동석

전화번호 +82-42-481-5405



국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
KR 10-1317298 B1	2013/10/10	없음	
KR 10-2009-0124083 A	2009/12/03	KR 10-0989073 B1	2010/10/25
KR 10-2011-0020258 A	2011/03/02	AU 2009-264661 A1	2010/01/07
		EP 2294140 A1	2011/03/16
		JP 2010-031229 A	2010/02/12
		JP 2010-031230 A	2010/02/12
		JP 5423058 B2	2014/02/19
		US 2011-0105649 A1	2011/05/05
		US 8481618 B2	2013/07/09
		WO 2010-001746 A1	2010/01/07
KR 10-0489733 B1	2005/10/12	없음	