

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0126163

(43) 공개일자 2024년08월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08J 11/24 (2006.01) C08G 18/42 (2006.01)

C08G 18/48 (2006.01) C08J 11/16 (2006.01)

C08J 11/26 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C08J 11/24 (2013.01)

C08G 18/42 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2023-0018605

(22) 출원일자 2023년02월13일

심사청구일자 2023년02월13일

(71) 출원인

경상국립대학교산학협력단

경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)

케이피엑스케미칼 주식회사

서울특별시 마포구 마포대로 137 (공덕동)

(72) 발명자

오정석

경상남도 진주시 새평거로 25, 101동 604호(평거
동, 더 퀸즈웰가)

진우석

경상남도 진주시 가좌길 66, 골든빌리지 208호(가
좌동)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인충현

전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올의 제조방법 및 이를 이용한 재생 폴리우레탄의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 폐폴리우레탄에 대하여 디카르복실산(dicarboxylic acid)에 의한 애시돌리시스(acidolysis), 및 폴리우레탄 원료인 폴리올에 의한 글라이콜리시스(glycolysis)를 수행하여 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 수득하는 단계;를 포함하는 재생 폴리올의 제조방법에 관한 것이다. 이에 의하여 종래 애시돌리시스(acidolysis) 단독 반응을 이용한 폐폴리우레탄 품의 재생 방법에서 디카르복실산을 사용함에 따라 이에 따른 재생 폴리올을 사용하여 폴리우레탄을 제조하는 경우 점도가 높아 발포에 어려움이 있으므로 글라이콜리시스(glycolysis) 반응을 추가하여 재활용 효율을 높이고 점도를 낮추어 폼 발포를 용이하도록 할 수 있고 재생 폴리올 전환율을 향상시킬 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08G 18/4833 (2013.01)

C08J 11/16 (2013.01)

C08J 11/26 (2013.01)

C08J 2375/04 (2013.01)

Y02W 30/62 (2020.08)

(72) 발명자

김규리

경상남도 진주시 진주대로500번길 34, 102호(가좌동)

정성록

경상남도 창원시 마산합포구 문화동7길 23, 101동 1306호(창포동1가, 동성아파트)

이찬수

울산광역시 남구 중앙로17번길 35, 201동 1102호(야음동, 힐스테이트 수암2단지)

이상호

울산광역시 중구 우정2길 45, 102동 1103호(우정동, 우정I'PARK)

전천영

울산광역시 북구 신천로 26, 111동 2201호(신천동, 신천 효성해링턴 플레이스)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345332009
과제번호	2020R1A6A1A03038697
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	이공학학술연구기반구축(R&D)
연구과제명	그린에너지융합연구소
기 여 율	1/1
과제수행기관명	경상대학교 산학협력단
연구기간	2022.01.01 ~ 2022.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

페폴리우레탄에 대하여 디카르복실산(dicarboxylic acid)에 의한 에시돌리시스(acidolysis), 및 폴리우레탄 원료인 폴리올에 의한 글라이콜리시스(glycolysis)를 수행하여 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 수득하는 단계;를 포함하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 에시돌리시스 및 글라이콜리시스는 상기 디카르복실산과 폴리우레탄 원료인 폴리올을 혼합하여 해중합제 혼합물을 제조한 후에 혼합 공정으로 수행되는 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 디카르복실산은 방향족 디카르복실산(aromatic dicarboxylic acid) 또는 지방족 디카르복실산(aliphatic dicarboxylic acid)인 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 방향족 디카르복실산은 프탈산(phthalic acid), 디메틸테레프탈레이트(dimethyl terephthalate), 테레프탈산(terephthalic acid), 이소프탈산(isophthalic acid), 디펜산(diphenic acid), 6-히드록시-2-나프토산(6-hydroxy-2-naphthoic acid) 및 나프탈렌-2,6-디카르복실산(naphthalene-2,6-dicarboxylic acid) 중에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 지방족 디카르복실산은 숙신산(succinic acid), 말론산(malonic acid), 디메틸말론산(dimethylmalonic acid), 글루타르산(glutaric acid), 아디프산(adipic acid), 3-메틸아디프산(3-methyladipic acid), 트리메틸아디프산(trimethyladipic acid), 피멜산(pimelic acid), 2,2-디메틸글루타르산(2,2-dimethylglutaric acid), 3,3-디에틸숙신산(2,3-Dimethylsuccinic acid), 아젤라인산(azelaic acid), 세바스산(sebacic acid) 및 수베르산(suberic acid) 중에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 폴리올은 중량평균분자량(Mw)이 200 내지 10,000 g/mol인 폴리에테르 폴리올 및/또는 폴리에스테르 폴리올인 것을 특징으로 하는 페폴리우레탄 폼으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 폴리올은 에틸렌옥사이드 함량이 10 내지 30%인 폴리에테르폴리올인 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 폴리올은 수산기값이 20 내지 350 mgKOH/g 인 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 산(acid) 100중량부에 대하여, 상기 폴리우레탄 원료인 폴리올 200 내지 1000중량부, 및 상기 페폴리우레탄 200 내지 1000중량부가 사용되는 것을 특징으로 하는 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 10

제2항에 있어서,

상기 재생 폴리올을 제조하는 방법은,

- (a) 페폴리우레탄을 분쇄하여 페폴리우레탄의 분쇄물을 준비하는 단계;
- (b) 반응기에 상기 산(acid) 및 폴리우레탄 원료인 폴리올(polyol)을 투입하여 해중합제 혼합물을 제조하는 단계;
- (c) 상기 해중합제 혼합물이 투입된 반응기의 온도를 170 내지 250℃로 가열하는 단계; 및
- (d) 상기 페폴리우레탄의 분쇄물을 상기 반응기에 투입하여 반응시키는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

단계 (d) 이후,

- (e) 상기 반응 후 잔여하는 부산물을 제거하고 재생 폴리올을 수득하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 12

제10항에 있어서,

단계 (a)에서, 상기 페폴리우레탄은 페폴리우레탄 폼인 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 13

제10항에 있어서,

단계 (a)에서, 상기 페폴리우레탄의 분쇄물은 평균직경이 0.1 내지 1 mm 인 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 14

제10항에 있어서,

단계 (d)에서, 상기 반응은 1 내지 10시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 15

제10항에 있어서,

단계 (d)에서, 생성된 재생 폴리올은 1 상(phase)으로 수득되는 것을 특징으로 하는 재생 폴리올의 제조방법.

청구항 16

제1항 내지 제15항 중에서 선택된 어느 한 항의 재생 폴리올의 제조방법을 이용한 재생 폴리우레탄 폼의 제조방법.

청구항 17

제16항에 있어서,

상기 재생 폴리올은 새로운 폴리올 원료를 혼합하여 사용하는 것을 특징으로 하는 폴리우레탄 폼을 제조하는 방법.

청구항 18

제16항의 폴리우레탄 폼의 제조방법에 따라 제조된 재생 폴리우레탄 폼.

청구항 19

제18항에 있어서,

상기 재생 폴리우레탄 폼은 연질 폴리우레탄 폼인 것을 특징으로 하는 재생 폴리우레탄 폼.

청구항 20

제18항에 있어서,

상기 재생 폴리우레탄 폼은 자동차 시트, 자동차 도어트림, 자동차 범퍼, 카펫, 및 포장재 중에서 선택된 어느 하나의 산업 부품용인 것을 특징으로 하는 재생 폴리우레탄 폼.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올의 제조방법 및 이를 이용한 재생 폴리우레탄의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 합성수지가 우리의 일상 생활이나 공업용 소재로서 매우 중요하고 이와 같은 합성수지의 생산량 증가에 비례하여 폐플라스틱의 발생도 증가하고 있는 실정이다. 이와 같은 폐플라스틱은 매립되어 방치되는 경우가 많아 환경 오염의 주범이 되고 있다.

[0003] 특히, 폴리우레탄은 경질과 연질 폼, 필름, 연질과 경질의 엘라스토머, 고체, 섬유 등 매우 다양한 물리적 특성을 갖는 상품의 재질로 사용될 수 있다. 또한 폴리우레탄은 폴리에틸렌, PVC, 폴리프로필렌, 폴리스티렌 등과 함께 매우 흔히 사용되고 있는 고분자이다. 의류, 신발, 가방, 완구, 소파, 침대 등 생활용품의 재료뿐 아니라, 자동차, 전자제품, 토목, 조선 등 중화학 공업의 재료로서도 널리 사용되고 있다.

[0004] 이와 같은 폴리우레탄은 내약품성, 단열성 등 물성이 우수하고 제조방법이 다양하여 제품의 경량화와 고급화 경향에 맞추어 사용량이 점차 증가하고 있고 이에 따라 폐기물의 양도 증가하고 있다. 폴리우레탄의 폐기물은 열경화성 고분자로서 물질 재활용, 에너지 재활용, 화학적 재활용의 3가지 방법에 따라 재활용이 이루어지고 있다.

[0005] 물질 재활용은 폐폴리우레탄을 파쇄하여 그대로 사용하거나 반죽하여 여러 제품을 원료로 다시 사용하는 방법이고, 에너지 재활용은 폐폴리우레탄을 소각하여 열병합 발전, RDF(refuse derived fuel) 등에 이용하는 것이며, 화학적 재활용은 해중합(depolymerization)하여 폴리우레탄을 그 원료인 폴리올로 환원시키는 기술을 의미한다.

[0006] 종래의 폐폴리우레탄 폼의 화학적 재활용 방법 중 글라이콜리시스(glycolysis) 반응은 다른 화학적 재활용 방법에 비하여 온화한 조건에서 진행되고 공정이 용이하고 경제적이므로 폴리우레탄 재활용 방법으로 많이 이용되고 있다. 종래 사용되는 폴리우레탄이 재활용을 위한 글라이콜리시스 재활용 방법은 디에틸렌글라이콜, 디프로필렌글라이콜 등을 사용하여 글라이콜리시스를 진행한 이후 우레탄 폼을 발포하는 방식으로 경질 우레탄폼 제조만이 가능하고 짧은 체인에 의하여 물성이 저하되는 문제점이 있었다. 따라서 공정이 간단한 글라이콜리시스에 의한 폐폴리우레탄의 재활용 방법을 사용하면서도 재생 폴리올의 체인을 길게 형성함으로써 물성 저하를 방지하고 연질 폴리우레탄 폼의 제조를 할 수 있는 방법의 연구가 필요한 실정이다.

[0007] 또한, 종래의 폐폴리우레탄 폼의 화학적 재활용 방법 중 애시돌리시스(acidolysis)를 이용하는 방법이 있으나

디카르복실산을 사용함에 따라 재생된 폴리올로 제조된 폴리우레탄 폼은 점도가 높아 폼 발포가 어려운 문제가 발생하여 이에 대한 해결책이 필요한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008]

(특허문헌 0001) 중국특허 CN 113717434 B

(특허문헌 0002) 미국특허 US 2020-0040153 A1

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009]

본 발명의 목적은 종래 애시돌리시스(acidolysis) 단독 반응을 이용한 폐폴리우레탄 폼의 재생 방법은 디카르복실산을 사용함에 따라 이에 따른 재생 폴리올을 사용하여 폴리우레탄을 제조하는 경우 점도가 높아 발포에 어려움이 있으므로 글라이콜리시스(glycolysis) 반응을 추가하여 재활용 효율을 높이고 점도를 낮추어 폼 발포를 용이하도록 하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법 및 이를 이용한 재생 폴리우레탄의 제조방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0010]

본 발명의 일 측면에 따르면,

[0011]

폐폴리우레탄에 대하여 디카르복실산(dicarboxylic acid)에 의한 애시돌리시스(acidolysis), 및 폴리우레탄 원료인 폴리올에 의한 글라이콜리시스(glycolysis)를 수행하여 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 수득하는 단계;를 포함하는 재생 폴리올의 제조방법이 제공된다.

[0012]

상기 애시돌리시스 및 글라이콜리시스는 상기 디카르복실산과 폴리우레탄 원료인 폴리올을 혼합하여 해중합제 혼합물을 제조한 후에 혼합 공정으로 수행될 수 있다.

[0013]

상기 디카르복실산은 방향족 디카르복실산(aromatic dicarboxylic acid) 또는 지방족 디카르복실산(aliphatic dicarboxylic acid)일 수 있다.

[0014]

상기 방향족 디카르복실산은 프탈산(phthalic acid), 디메틸테레프탈레이트(dimethyl terephthalate), 테레프탈산(terephthalic acid), 이소프탈산(isophthalic acid), 디펜산(diphenic acid), 6-히드록시-2-나프토산(6-hydroxy-2-naphthoic acid) 및 나프탈렌-2,6-디카르복실산(naphthalene-2,6-dicarboxylic acid) 중에서 선택된 어느 하나일 수 있다.

[0015]

상기 지방족 디카르복실산은 숙신산(succinic acid), 말론산(malonic acid), 디메틸말론산(dimethylmalonic acid), 글루타르산(glutaric acid), 아디프산(adipic acid), 3-메틸아디프산(3-methyladipic acid), 트리메틸아디프산(trimethyladipic acid), 피멜산(pimelic acid), 2,2-디메틸글루타르산(2,2-dimethylglutaric acid), 3,3-디에틸숙신산(2,3-Dimethylsuccinic acid), 아젤라인산(azelaic acid), 세바스산(sebacic acid) 및 수베르산(suberic acid) 중에서 선택된 어느 하나일 수 있다.

[0016]

상기 폴리올은 중량평균분자량(Mw)이 200 내지 10,000 g/mol인 폴리에테르 폴리올 및/또는 폴리에스테르 폴리올일 수 있다.

[0017]

상기 폴리올은 에틸렌옥사이드 함량이 10 내지 30%인 폴리에테르폴리올일 수 있다.

[0018]

상기 폴리올은 수산기값이 20 내지 350 mgKOH/g 일 수 있다.

[0019]

상기 산(acid) 100중량부에 대하여, 상기 폴리우레탄 원료인 폴리올 200 내지 1000중량부, 및 상기 폐폴리우레탄 200 내지 1000중량부가 사용될 수 있다.

[0020]

구체적으로, 상기 재생 폴리올을 제조하는 애시돌리시스(acidolysis)와 글라이콜리시스(glycolysis) 혼합 공정의 방법은,

- [0021] (a) 페폴리우레탄을 분쇄하여 페폴리우레탄의 분쇄물을 준비하는 단계;
- [0022] (b) 반응기에 상기 산(acid) 및 폴리우레탄 원료인 폴리올(polyol)을 투입하여 해중합제 혼합물을 제조하는 단계;
- [0023] (c) 상기 해중합제 혼합물이 투입된 반응기의 온도를 170 내지 250℃로 가열하는 단계; 및
- [0024] (d) 상기 페폴리우레탄의 분쇄물을 상기 반응기에 투입하여 반응시키는 단계;를 포함할 수 있다.
- [0025] 단계 (d) 이후,
- [0026] (e) 상기 반응 후 잔여하는 부산물을 제거하고 재생 폴리올을 수득하는 단계;를 포함할 수 있다.
- [0027] 단계 (a)에서, 상기 페폴리우레탄은 페폴리우레탄 폼일 수 있다.
- [0028] 단계 (a)에서, 상기 페폴리우레탄의 분쇄물은 평균직경이 0.1 내지 1 mm 일 수 있다.
- [0029] 단계 (d)에서, 상기 반응은 1 내지 10시간 동안 수행될 수 있다.
- [0030] 단계 (d)에서, 생성된 재생 폴리올은 1 상(phase)으로 수득될 수 있다.
- [0031] 본 발명의 다른 하나의 측면에 따르면,
- [0032] 상기 재생 폴리올의 제조방법을 이용한 재생 폴리우레탄 폼의 제조방법이 제공된다.
- [0033] 상기 재생 폴리올은 새로운 폴리올 원료를 혼합하여 사용할 수 있다.
- [0034] 본 발명의 다른 또 하나의 측면에 따르면,
- [0035] 상기 폴리우레탄 폼의 제조방법에 따라 제조된 재생 폴리우레탄 폼이 제공된다.
- [0036] 상기 재생 폴리우레탄 폼은 연질 폴리우레탄 폼일 수 있다.
- [0037] 상기 재생 폴리우레탄 폼은 자동차 시트, 자동차 도어트림, 자동차 범퍼, 카펫, 및 포장재 중에서 선택된 어느 하나의 산업 부품용일 수 있다.

발명의 효과

- [0038] 본 발명의 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법은 종래 애시돌리시스(acidolysis) 단독 반응을 이용한 페폴리우레탄 폼의 재생 방법에서 디카르복실산을 사용함에 따라 이에 따른 재생 폴리올을 사용하여 폴리우레탄을 제조하는 경우 점도가 높아 발포에 어려움이 있으므로 글라이콜리시스(glycolysis) 반응을 추가하여 재활용 효율을 높이고 점도를 낮추어 폼 발포를 용이하도록 할 수 있다.
- [0039] 또한, 글라이콜리시스 반응에는 주로 수산화칼륨(KOH)나 수산화나트륨(NaOH)등 염기성 촉매를 사용하였으나 염기성 촉매를 애시돌리시스 반응에 혼합하여 사용하는 경우 산(acid)을 중화되어 반응 효율이 저하될 수 있으므로 애시돌리시스에 사용된 디카르복실산 해중합제가 글라이콜리시스 반응에서 산촉매로 작용함으로써 애시돌리시스(acidolysis)와 글라이콜리시스(glycolysis)를 모두 높은 효율로 수행할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0040] 도 1은 실험예 1의 산 종류 및 반응시간에 따른 재생 폴리올 생성물의 사진이다.
- 도 2는 실험예 2의 반응온도에 따른 재생 폴리올 생성물의 사진이다.
- 도 3은 실험예 3에서 산의 사용 유무에 따른 재생 폴리올 생성물의 사진이다.
- 도 4는 실험예 4에서 혼합공정과 순차공정에 따른 재생 폴리올 생성물의 사진이다.
- 도 5는 실험예 5에서 혼합공정에서 산 비율에 따른 재생 폴리올 생성물의 사진이다.
- 도 6은 실시예 4 및 비교예 2에 따라 각각 제조된 폴리우레탄 폼의 사진이다.
- 도 7은 실험예 6에 따른 반응성 시험 결과이다.
- 도 8은 실험예 6에 따른 압축 시험 결과이다.

도 9는 실험예 6에 따른 Sag Factor 측정 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0041] 본 발명은 다양한 변환을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 상세한 설명에 구체적으로 설명하고자 한다. 그러나, 이는 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변환, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 본 발명을 설명함에 있어서 관련된 공지 기술에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 흐릴 수 있다고 판단되는 경우 그 상세한 설명을 생략한다.
- [0042] 본 출원에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 출원에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.
- [0044] 이하 본 발명의 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법에 대해 설명하도록 한다.
- [0045] 본 발명의 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법은 페폴리우레탄에 대하여 디카르복실산(dicarboxylic acid) 해중합제에 의한 ऐ시돌리시스(acidolysis), 및 폴리우레탄 원료인 폴리올 해중합제에 의한 글라이콜리시스(glycolysis)를 수행하여 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 수득하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0046] 상기 ऐ시돌리시스 및 글라이콜리시스는 상기 디카르복실산과 폴리우레탄 원료인 폴리올을 혼합하여 해중합제 혼합물을 제조한 후에 혼합 공정으로 수행될 수 있고, 또는 ऐ시돌리시스를 먼저 수행한 후 여기에 상기 폴리우레탄 원료인 폴리올을 추가하여 순차 공정으로 수행할 수 있으나, 바람직하게는 혼합 공정으로 수행할 수 있다. 혼합 공정으로 수행하는 경우 재생 폴리올의 전환율을 현저히 향상시킬 수 있다.
- [0047] 상기 디카르복실산은 방향족 디카르복실산(aromatic dicarboxylic acid) 또는 지방족 디카르복실산(aliphatic dicarboxylic acid)일 수 있다.
- [0048] 상기 방향족 디카르복실산은 프탈산(phthalic acid), 디메틸테레프탈레이트(dimethyl terephthalate), 테레프탈산(terephthalic acid), 이소프탈산(isophthalic acid), 디펜산(diphenic acid), 6-히드록시-2-나프토산(6-hydroxy-2-naphthoic acid), 나프탈렌-2,6-디카르복실산(naphthalene-2,6-dicarboxylic acid) 등을 사용할 수 있고, 바람직하게는 프탈산을 사용할 수 있다.
- [0049] 상기 지방족 디카르복실산은 고리형 지방족 디카르복실산을 포함하고, 숙신산(succinic acid), 말론산(malonic acid), 디메틸말론산(dimethylmalonic acid), 글루타르산(glutaric acid), 아디프산(adipic acid), 3-메틸아디프산(3-methyladipic acid), 트리메틸아디프산(trimethyladipic acid), 피멜산(pimelic acid), 2,2-디메틸글루타르산(2,2-dimethylglutaric acid), 3,3-디메틸숙신산(2,3-Dimethylsuccinic acid), 아젤라인산(azelaic acid), 세바스산(sebacic acid), 수베르산(suberic acid) 등을 사용할 수 있고, 바람직하게는 숙신산을 사용할 수 있다.
- [0050] 상기 해중합제로 사용되는 폴리올은 폴리우레탄의 제조시 원료로 사용될 수 있는 폴리올일 수 있다.
- [0051] 상기 해중합제로 사용되는 폴리올은 폴리에스테르 폴리올 및/또는 폴리에테르 폴리올 일 수 있고, 바람직하게는 폴리에테르폴리올 일 수 있고, 더욱 바람직하게는 에틸렌옥사이드 함량이 10 내지 30%인 폴리에테르폴리올 일 수 있다.
- [0052] 상기 해중합제로 사용되는 폴리올은 상기 중량평균분자량(Mw)이 200 내지 10,000 g/mol인 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 300 내지 8,000 g/mol, 더욱 더 바람직하게는 500 내지 7,000 g/mol 일 수 있다.
- [0053] 상기 해중합제로 사용되는 폴리올은 수산기값이 20 내지 350 mgKOH/g 인 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 25 내지 300 mgKOH/g 인 것을 사용할 수 있다.
- [0054] 본 발명에서 사용하는 해중합제 폴리올은 디에틸렌글라이콜이나 디프로필렌글리콜과 같은 단분자의 글라이콜을 혼용하지 않고 상술한 바와 같은 특징을 만족하는 폴리올만을 사용함으로써 1 상(phase)의 생성물을 만들어 본

리과정을 생략하고 공정 과정을 간소화할 수 있다.

- [0055] 상기 산(acid) 100중량부에 대하여, 상기 폴리우레탄 원료인 폴리올 200 내지 1000중량부, 및 상기 폐폴리우레탄 200 내지 1000중량부가 사용되는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 산(acid) 100중량부에 대하여, 상기 폴리우레탄 원료인 폴리올 250 내지 600중량부, 및 상기 폐폴리우레탄 250 내지 600중량부가 사용될 수 있다. 이와 같은 범위에서 반응을 수행할 경우 재생 폴리올의 전환율을 최대화할 수 있다.
- [0057] 구체적으로, 본 발명의 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법으로 애시돌리시스(acidolysis)와 글라이콜리시스(glycolysis)의 혼합 공정은 하기 순서에 따라 수행하는 것이 바람직하다.
- [0058] 먼저, 폐폴리우레탄을 분쇄하여 폐폴리우레탄의 분쇄물을 준비한다(단계 a).
- [0059] 상기 폐폴리우레탄은 폐폴리우레탄 폼인 것이 바람직하다.
- [0060] 상기 폐폴리우레탄의 분쇄물은 평균직경이 0.1 내지 1 mm 인 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 0.2 내지 0.8 mm, 더욱 더 바람직하게는 0.3 내지 0.7 mm 일 수 있다.
- [0061] 상기 분쇄물의 직경이 상기 적정 범위에서 벗어나는 경우 애시돌리시스 및 글라이콜리시스 반응이 원활하기 이루어지기 어렵다.
- [0062] 다음으로, 반응기에 상기 산(acid) 및 폴리우레탄 원료인 폴리올(polyol)을 투입하여 해중합제 혼합물을 제조한다(단계 b).
- [0063] 앞서 설명한 바와 같이, 상기 산(acid) 100중량부에 대하여, 상기 폴리우레탄 원료인 폴리올 200 내지 1000중량부, 및 상기 폐폴리우레탄 200 내지 1000중량부가 사용되는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 산(acid) 100중량부에 대하여, 상기 폴리우레탄 원료인 폴리올 250 내지 600중량부, 및 상기 폐폴리우레탄 250 내지 600중량부가 사용될 수 있다. 이와 같은 범위에서 반응을 수행할 경우 재생 폴리올의 전환율을 최대화할 수 있다.
- [0064] 다음으로, 상기 해중합제 혼합물이 투입된 반응기의 온도를 170 내지 250℃로 가열한다(단계 c).
- [0065] 상기 반응기의 온도는 170 내지 250℃로 가열하는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 180 내지 210℃의 범위로 가열할 수 있고, 더욱 더 바람직하게는 185 내지 195℃로 가열할 수 있다 이와 같이 가열한 후 애시돌리시스(acidolysis)와 글라이콜리시스(glycolysis) 반응을 수행할 때 재생 폴리올의 전환율을 최대화할 수 있다.
- [0066] 이후, 상기 폐폴리우레탄의 분쇄물을 상기 반응기에 투입하여 반응시킨다(단계 d).
- [0067] 이때, 애시돌리시스에 사용되는 디카르복실산이 글라이콜리시스의 산촉매로 작용할 수 있다.
- [0068] 상기 글라이콜리시스 촉매로 수산화칼륨, 수산화나트륨 등의 염기촉매를 사용하는 경우 애시돌리시스 반응에 사용된 산(acid)이 중화되어 반응 효율이 저하될 수 있으므로 별도의 염기 촉매를 사용하지 않는 것이 바람직하다.
- [0069] 상기 폴리우레탄 원료인 폴리올은 재생에 사용되는 폐폴리우레탄의 원료인 폴리올이거나 또는 다른 폴리우레탄 제조에 사용되는 원료인 폴리올일 수 있다.
- [0070] 상기 애시돌리시스(acidolysis)와 글라이콜리시스(glycolysis) 혼합 공정의 반응은 상술한 바와 같이 170 내지 250℃에서 수행되는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 180 내지 210℃에서 수행될 수 있고, 더욱 더 바람직하게는 185 내지 195℃로 가열할 수 있다 이와 같은 온도 범위 내에서 재생 폴리올로의 전환율이 높고, 공정상 에너지 효율도 높일 수 있다.
- [0071] 상기 애시돌리시스(acidolysis)와 글라이콜리시스(glycolysis) 혼합 공정의 반응은 1 내지 10시간 동안 수행되는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 1.5 내지 7시간, 더욱 더 바람직하게는 2 내지 6시간 동안 수행될 수 있다. 상기 반응시간 범위에서 재생 폴리올로의 전환율을 극대화시킬 수 있다.
- [0072] 생성된 재생 폴리올은 1 상(phase)으로 수득되는 것이 바람직하다. 이에 따라 2상으로 분리될 때와 달리 분리 공정을 생략할 수 있으므로 공정 비용이 절감될 수 있다.
- [0073] 마지막으로, 상기 반응 후 잔여하는 부산물을 제거하고 재생 폴리올을 수득한다(단계 e).
- [0074] 상기 반응 후 상온에서 냉각시키고 에탄올을 투입하여 반응시키고 여과 및 증류를 거쳐 부산물이 제거된 정제된

재생 폴리올을 수득할 수 있다.

- [0076] 본 발명은 상기 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법을 이용한 폴리우레탄 폼의 제조방법을 제공한다.
- [0077] 폴리우레탄 폼의 제조방법은 공지된 종래 기술에 따라 가능하며, 상기 재생 폴리올과 새로운 폴리올 원료와 혼합하여 사용할 수 있다.
- [0078] 또한 통상적으로 폴리우레탄 폼 제조에 사용되는 이소시아네이트, 계면활성제, 촉매 및 발포제를 사용하여 폴리우레탄 폼을 제조할 수 있다.
- [0079] 본 발명에서 재생된 폴리올은 종래 기술에 따른 재생 폴리올과 달리 장쇄의 폴리올이므로 이를 통해 제조된 폴리우레탄 폼은 연질 폴리우레탄 폼의 제조가 가능하다.
- [0081] 또한, 본 발명은 상기 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법에 따라 제조된 재생 폴리올을 제공한다.
- [0083] 또한, 본 발명은 폴리우레탄 폼의 제조방법에 따라 제조된 재생 폴리우레탄 폼을 제공한다.
- [0084] 상기 재생 폴리우레탄 폼은 연질 폴리우레탄 폼일 수 있다.
- [0085] 상기 재생 폴리우레탄 폼은 연질 폴리우레탄 폼으로 제조되는 것이 적합한 자동차 시트, 자동차 도어트림, 자동차 범퍼, 카펫, 및 포장재 중에서 선택된 어느 하나의 산업 부품용 일 수 있다.

[0087] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시하나, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐 본 발명의 범주 및 기술사상 범위 내에서 다양한 변경 및 수정이 가능함은 당업자에게 있어서 명백한 것이며, 이러한 변형 및 수정이 첨부된 특허청구범위에 속하는 것도 당연한 것이다.

[0089] **[실시예]**

[0090] **재생 폴리올 제조**

[0091] **실시예 1-1**

[0092] 폴리우레탄 폼(TDI HR Slab foam)을 분쇄기를 통하여 직경이 평균 175 μm 크기를 갖는 폴리우레탄 폼의 분쇄물을 준비하였다

[0093] 한편, 환류기, 기계식 교반기 및 온도조절기가 설치된 3구 플라스크에 산(acid) 해중합제(acidolysis agent)인 프탈산(phthalic acid) 5g과 폴리에테르 폴리올인 해중합제(glycolysis agent) GPX-3001(Mw=3000, 폴리올 에틸렌옥사이드 20%, 수산기값 53.0 내지 58.0 mgKOH/g) 15g을 투입하여 혼합한 후 190℃로 가열하였다. 190℃에 도달하면 넣고, 질소 분위기에서 상기 폴리우레탄 폼 분쇄물 15g을 천천히 투여하며 기계식 교반기로 교반하며 질소 분위기에서 2시간 동안 반응시킨 다음 반응을 종결시켰다. 상온에서 냉각한 후 에탄올을 투입하고, 필터페이퍼를 이용하여 진공 여과한 후, 증발기(evaporator)를 이용하여 95℃에서 30분 동안 에탄올을 증류시켜 재생 폴리올을 수득하였다.

[0095] **실시예 1-2**

[0096] 2시간이 아닌 4시간 동안 반응시킨 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0098] **실시예 1-3**

- [0099] 2시간 대신에 6시간 동안 반응시킨 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0101] 실시예 1-4
- [0102] 190℃ 대신에 180℃로 반응시킨 것을 제외하고는 실시예 1-3과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0104] 실시예 1-5
- [0105] 190℃ 대신에 200℃로 반응시킨 것을 제외하고는 실시예 1-3과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0107] 실시예 1-6
- [0108] 190℃ 대신에 210℃로 반응시킨 것을 제외하고는 실시예 1-3과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0110] 실시예 1-7
- [0111] 190℃ 대신에 220℃로 반응시킨 것을 제외하고는 실시예 1-3과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0113] 실시예 1-8
- [0114] 프탈산 5g, 폴리올 GPX-3001 15g, 폴리우레탄 폼 15g(1:3:3 중량비) 대신에 프탈산을 3g 사용(1:5:5 중량비)한 것을 제외하고는 실시예 1-3과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0116] 실시예 1-9
- [0117] 프탈산 5g, 폴리올 GPX-3001 15g, 폴리우레탄 폼 15g(1:3:3 중량비) 대신에 프탈산을 1.67g 사용(1:9:9 중량비)한 것을 제외하고는 실시예 1-3과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0119] 실시예 2-1
- [0120] 프탈산(phthalic acid) 대신에 숙신산(succinic acid)을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0122] 실시예 2-2
- [0123] 프탈산(phthalic acid) 대신에 숙신산(succinic acid)을 사용하고, 2시간 대신에 4시간 동안 반응시킨 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0125] 실시예 2-3
- [0126] 프탈산(phthalic acid) 대신에 숙신산(succinic acid)을 사용하고, 2시간 대신에 6시간 동안 반응시킨 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0128] 실시예 3-1
- [0129] 프탈산과 폴리올 GPX-3001을 먼저 혼합하여 반응시키는 것 대신에, 프탈산을 이용한 애시돌리시스를 먼저 진행한 후 폴리올 GPX-3001을 이용한 글라이콜리시스를 순차적으로 진행하였다.
- [0130] 구체적으로, 3구 플라스크의 온도를 190℃로 승온한 후 프탈산 5g과 폴리우레탄 폼 15g을 투입하고, 2시간 동안

에시돌리시스 반응을 수행하였다. 이후, 폴리올 GPX-3001 15g과 촉매인 수산화칼륨(KOH) 0.6g을 투입하고 4시간 동안 글라이콜리시스 반응을 수행하였다. 이후 실시예 1-1과 동일한 방법으로 냉각, 여과 및 증류시켜 재생 폴리올을 수득하였다.

실시예 3-2

프탈산(phthalic acid) 대신에 숙신산(succinic acid)을 사용한 것을 제외하고는 실시예 3-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

실시예 3-3

프탈산 5g, 폴리올 GPX-3001 15g, 폴리우레탄 폼 15g(1:3:3 중량비) 대신에 프탈산을 3g 사용(1:5:5 중량비)한 것을 제외하고는 실시예 3-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

비교예 1

프탈산을 사용하지 않은 것을 제외하고는 실시예 1-3과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

하기 표 1에 실시예들과 비교예에 따른 재생 폴리올 제조 조건을 정리하였다.

표 1

구분	산종류	산:폴리올:PU폼 중량비	반응시간(h)	반응온도(℃)	해중합 방법 (Acidolysis/ Glycolysis)
실시예 1-1	프탈산	1:3:3	2	190	혼합
실시예 1-2	프탈산	1:3:3	4	190	혼합
실시예 1-3	프탈산	1:3:3	6	190	혼합
실시예 1-4	프탈산	1:3:3	6	180	혼합
실시예 1-5	프탈산	1:3:3	6	200	혼합
실시예 1-6	프탈산	1:3:3	6	210	혼합
실시예 1-7	프탈산	1:3:3	6	220	혼합
실시예 1-8	프탈산	1:5:5	6	190	혼합
실시예 1-9	숙신산	1:9:9	6	190	혼합
실시예 2-1	숙신산	1:3:3	2	190	혼합
실시예 2-2	숙신산	1:3:3	4	190	혼합
실시예 2-3	숙신산	1:3:3	6	190	혼합
비교예 3-1	프탈산	1:3:3	2 + 4	190	순차
비교예 3-2	숙신산	1:3:3	2 + 4	190	순차
비교예 3-3	프탈산	1:5:5	2 + 4	190	순차
비교예 1	-	0:3:3	6	190	단일(Glycolysis)

실시예 4: 재생 폴리우레탄 폼 제조

실시예 1-3의 재생 폴리올(RPS)을 제외한 폴리올 프리믹스 재료를 하기 표 2의 중량비에 맞추어 발포용 컵에 담았다. 이후 실시예 1-3의 재생 폴리올을 첨가한 뒤 1500 rpm의 속도로 15초 동안 혼합하였다. 이후 폴리올 프리믹스의 비율에 맞는 이소시아네이트(isocyanate)를 첨가한 후, 상기 혼합한 속도의 2배 속도인 3000 rpm 으로 5초 이내로 혼합하였다. 제조된 혼합물을 25cm*25cm*10cm 직육면체 형태의 오픈 몰드에 부어주고, 폴리우레탄 폼을 제조하였다.

비교예 2: 폴리우레탄 폼 제조

GPX-6000: 실시예 1-3의 재생폴리올: POP-6040 = 80:10:10의 중량비로 사용하는 대신에, GPX-6000: 실시예 1-3의 재생폴리올: POP-6040 = 90:0:10으로 사용한 것을 제외하고는 실시예 4와 동일한 조건으로 폴리우레탄 폼을 슬라브 폼(Slab Foam)으로 제조하였다.

표 2

제품명		기능	실시예 4(중량비)	비교예 2(중량비)
폴리올 프리믹스 (Polyol Premix)	GPX-6000	폴리올	80	90
	RPS(실시예 1-3)	재생폴리올	10	0
	POP-6040	코폴리머 폴리올	10	10
	GEX-3300	셀오프너	4	4
	B-8736	실리콘 정포제	1	1
	DEOA	사슬연장제	1	1
	DPA	촉매	0.65	0.65
	Water	발포제	2	2
이소시아네이트	S-3227	NCO 35.0~36.0 %	38.0	38.0

[실험예]

실험예 1: 산 종류 및 반응시간에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석

프탈산과 숙신산을 각각 폴리올 GPX-3001과 혼합하여 애시돌리시스와 글라이콜리시스에 의한 해중합을 혼합공정으로 수행한 실시예 1-1 내지 1-3, 실시예 2-1 내지 2-3에 따라 제조된 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 확인한 결과를 아래의 표 3에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 1에 나타내었다.

표 3

구분	프탈산 : PU 폼 : 폴리올			숙신산 : PU 폼 : 폴리올		
실시예	실시예 1-1	실시예 1-2	실시예 1-3	실시예 2-1	실시예 2-2	실시예 2-3
반응시간(h)	2	4	6	2	4	6
상(Phase)	1 phase	1 phase	1 phase	2 phase	2 phase	2 phase
전환율 (%)	90.1	83.5	93.6	70.0	86.6	92.5

이에 따르면, 프탈산을 사용한 실시예 1-1 내지 1-3은 반응시간에 관계없이 재생 폴리올 생성물이 1상으로 분리되어 이후 분리공정을 생략할 수 있음을 알 수 있다. 이에 반해, 숙신산을 사용한 실시예 2-1 내지 2-3은 반응시간에 관계없이 2상으로 분리되었다. 즉, 2상으로 분리된 생성물은 상층부에는 우레탄 폼 제조에 쓰인 폴리올과 GPX-3001의 에스테르 교환반응(transesterification)에 의해 생성된 것, 하층부에는 이소시아네이트, 아민을 포함한 기타 부산물이 포함되어 서로 상용성이 없으므로 2상으로 분리된다.

표에 기재하지는 않았으나 프탈산을 사용하더라도 12시간 이상 반응을 수행하는 경우에는 2 내지 3주 후 보관시 2상으로 분리되는 것으로 나타났다. 따라서 프탈산을 애시돌리시스/글라이콜리시스 혼합공정에 사용하고 혼합공정은 6시간 동안 반응시키는 것이 바람직한 것으로 나타났다.

실험예 2: 반응온도에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석

애시돌리시스/글라이콜리시스 혼합공정에서 프탈산 사용, 6시간 반응 조건은 동일하고 온도조건을 180 내지 220 °C로 달리 설정한 실시예 1-3 내지 1-7에 따라 각각 제조된 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 분석한 결과를 아래의 표 4에 정리하였고, 생성물의 사진을 도 2에 나타내었다.

표 4

구분	프탈산 사용				
실시예	실시예 1-4	실시예 1-3	실시예 1-5	실시예 1-6	실시예 1-7

반응온도 (℃)	180	190	200	210	220
상(Phase)	1 phase	1 phase	1 phase	2 phase	2 phase
전환율(%)	81.1	93.6	79.8	80.3	73.4

이에 따르면, 에시돌리시스/글라이콜리시스 혼합공정에서 반응온도가 190℃인 경우 가장 높은 전환율을 나타내었고, 220℃인 경우에는 상대적으로 낮은 전환율을 나타내었다. 또한, 210℃ 이상에서 반응시키는 경우 1 내지 2일 후 2상으로 분리되었다.

실험예 3: 산의 사용 유무에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석

산을 사용하지 않고 폴리올 GPX-3001만 사용한 비교예 1, 프탈산 또는 숙신산을 사용한 것을 제외하고는 반응온도 및 시간 조건은 비교예 1과 동일한 실시예 1-3, 실시예 2-3에 따라 제조된 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 분석한 결과를 아래의 표 5에 정리하였고, 생성물의 사진을 도 3에 나타내었다.

표 5

GPX-3001 : Slab foam = 1:1 (15 g: 15g)			
구분	비교예 1	실시예 1-3	실시예 2-3
산(Acid)	사용안함	프탈산 (5 g)	숙신산 (5 g)
상(Phase)	측정불가	1 phase	2 phase
전환율(%)	측정 불가	93.6	92.5

이에 따르면, 산을 사용하지 않고 폴리올 GPX-3001만을 사용한 비교예 1의 경우 고체형태를 그대로 유지하고 있어 반응이 거의 일어나지 않았다. 따라서 산과 폴리올을 함께 사용하여 재생 폴리올을 제조하는 것이 바람직한 것을 확인할 수 있다.

실험예 4: 혼합공정과 순차공정에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석

에시돌리시스/글라이콜리시스 혼합공정인 실시예 1-3과 실시예 2-3 및 에시돌리시스/글라이콜리시스 순차공정인 실시예 3-1과 실시예 3-2에 따라 제조된 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 분석한 결과를 아래의 표 6에 정리하였고, 생성물의 사진을 도 4에 나타내었다.

표 6

Acid : Slab foam : GPX-3001 = 1:3:3 (5 g: 15 g : 15 g)				
해중합 방법	Acidolysis -> Glycolysis 순차공정		Acidolysis -> Glycolysis 순차공정	
구분	실시예 3-2	실시예 3-1	실시예 2-3	실시예 1-3
산종류	숙신산	프탈산	숙신산	프탈산
상(Phase)	1 phase	1 phase	2 phase	1 phase
전환율(%)	72.9	72.0	92.5	93.6

이에 따르면, 반응시간, 온도, 산종류와 비율 조건이 동일하더라도 에시돌리시스와 글라이콜리시스를 순차적으로 수행한 실시예 3-1과 실시예 3-2에 비하여 에시돌리시스/글라이콜리시스의 혼합공정을 수행한 실시예 1-3과 실시예 2-3의 경우 재생 폴리올 전환율이 현저히 높게 나타났다. 특히, 프탈산을 사용하여 혼합공정을 수행한 실시예 1-3의 경우 1상으로 분리되면서 전환율도 가장 높은 것으로 나타났다.

실험예 5: 혼합공정에서 산 비율에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석

에시돌리시스/글라이콜리시스의 혼합공정에서 사용된 산의 중량비가 다른 실시예 1-3, 실시예 1-8 및 실시예 1-9에 따라 생성된 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 실험예 1과 동일한 방법에 따라 분석한 결과를 아래의 표 7에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 5에 나타내었다.

표 7

GPX-3001 : Slab foam = 1:1 (15 g: 15g)			
프탈산 사용량	5 g(1 : 3 : 3)	3 g(1 : 5 : 5)	1.67 g(1 : 9 : 9)
상(Phase)	1 phase	1 phase	1 phase
전환율(%)	93.6	93.0	89.9

이에 따르면, 프탈산:폴리올을 1:3과 1:5 중량비로 사용한 실시예 1-3과 실시예 1-8의 재생 폴리올 수율이 1:9로 사용한 실시예 1-9에 비하여 상대적으로 높은 재생 폴리올 전환율을 나타내었다.

실험예 6: 폴리우레탄 폼 특성 분석

실시예 4 및 비교예 2에 따라 각각 제조된 폴리우레탄 폼의 중간층을 시편 규격에 맞추어 자른 후 만능물성시험기(UTM)를 이용하여 ASTM D 3574의 CFD 규격에 따라 물성을 측정하였다.

(1) 외관 비교

실시예 4 및 비교예 2에 따라 각각 제조된 폴리우레탄 폼의 사진을 도 6에 나타내었다. 재생 폴리올을 일부 포함하는 실시예 4의 폴리우레탄 폼은 비교예 2의 폴리우레탄 폼에 비하여 약간 갈색을 나타내었고, 실시예 4의 폴리우레탄 폼의 높이가 13.9cm이고, 비교예 2의 폴리우레탄 높이가 14.4cm로 실시예 4의 폴리우레탄 폼의 높이가 약간 낮았다.

(2) 반응성 시험

한편, 상기 폴리우레탄 폼을 ASTM D 3574의 CFD 규격에 따라 반응성 CT(cream time), GT(gel time), TFT(tack free time)를 측정하여 그 결과를 도 7에 나타내었다. 이에 따르면, 재생 폴리올을 사용한 실시예 4는 폼 형성 과정에서 TFT(tack free time)이 비교예 2의 폼 형성과정에 비해 더 길게 나타났다.

(3) 압축(compression) 시험

실시예 4 및 비교예 2에 따라 제조된 폴리우레탄 폼에 대하여 압축 시험을 수행하여 초기경도지수(initial hardness factor, IHF)(25% compression load(N))를 측정하여 그 결과를 아래의 표 8 및 도 8에 나타내었다.

표 8

구분	IHF 평균(N)	표준편차
비교예 2	5.88	0
실시예 4	6.47	0.78

이에 따르면, 폴리올에서 재생 폴리올(RPS)를 10중량% 사용한 실시예 4의 폴리우레탄 폼이 비교예 2의 재생 폴리올을 사용하지 않은 폴리우레탄 폼에 비해 초기경도지수(IHF)의 평균값이 약간 높았으나 유의적인 차이는 없었다.

(4) Sag Factor 측정

자동차 시트에 적용되었을 때 승차감과 관련된 요인(통상 3이상 필요)인 하기 식 1로 표시되는 Sag Factor(CFD는 computational fluid dynamics)를 계산하여 그 결과를 표 9와 도 9에 나타내었다.

[식 1]

$$SF(Sag factor) = \frac{65 \% CFD}{25 \% CFD}$$

표 9

구분	Sag Factor 평균	표준편차
비교예 2	2.37	0.16

실시예 4	2.84	0.20
-------	------	------

[0193] 이에 따르면, 실시예 4의 재생 폴리올을 사용한 폴리우레탄 폼이 재생 폴리올을 사용하지 않은 비교예 2의 폴리우레탄 폼에 비하여 Sag Factor가 오히려 증가한 것으로 나타났다.

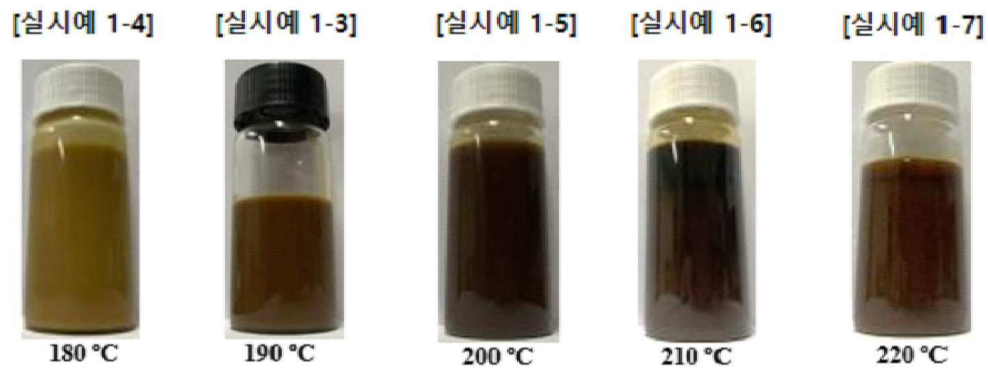
[0195] 이상, 본 발명의 실시예들에 대하여 설명하였으나, 해당 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 특허청구범위에 기재된 본 발명의 사상으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서, 구성 요소의 부가, 변경, 삭제 또는 추가 등에 의해 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있을 것이며, 이 또한 본 발명의 권리범위 내에 포함된다고 할 것이다.

도면

도면1



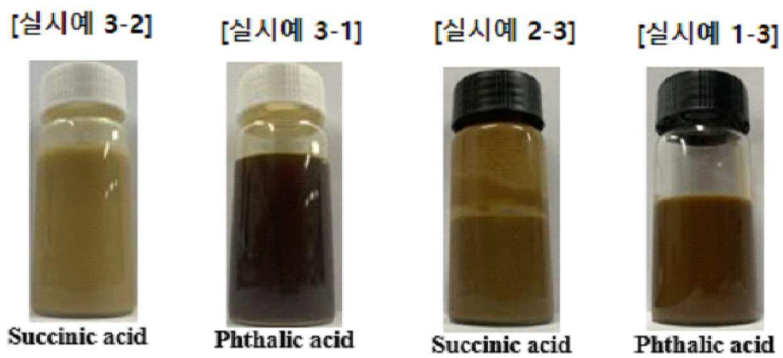
도면2



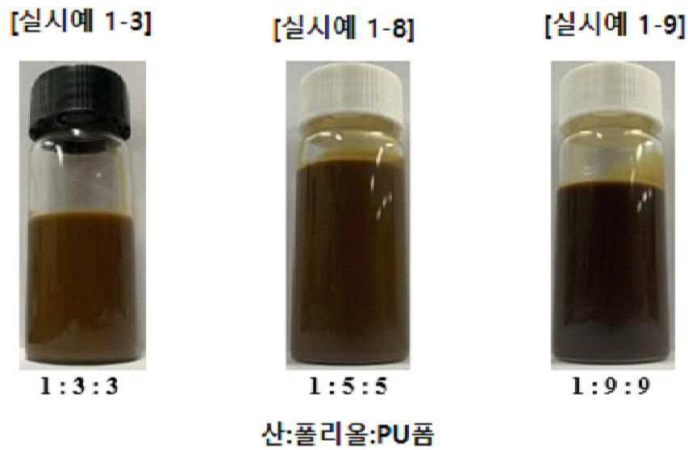
도면3



도면4



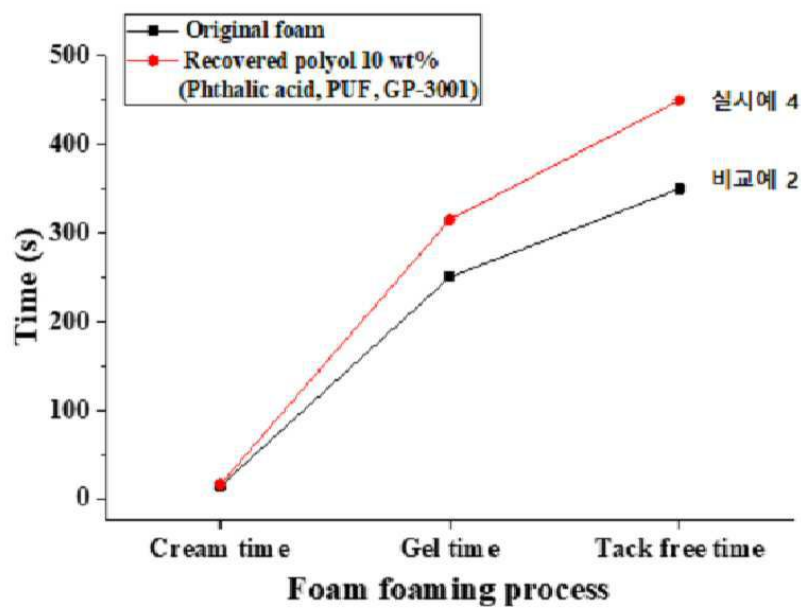
도면5



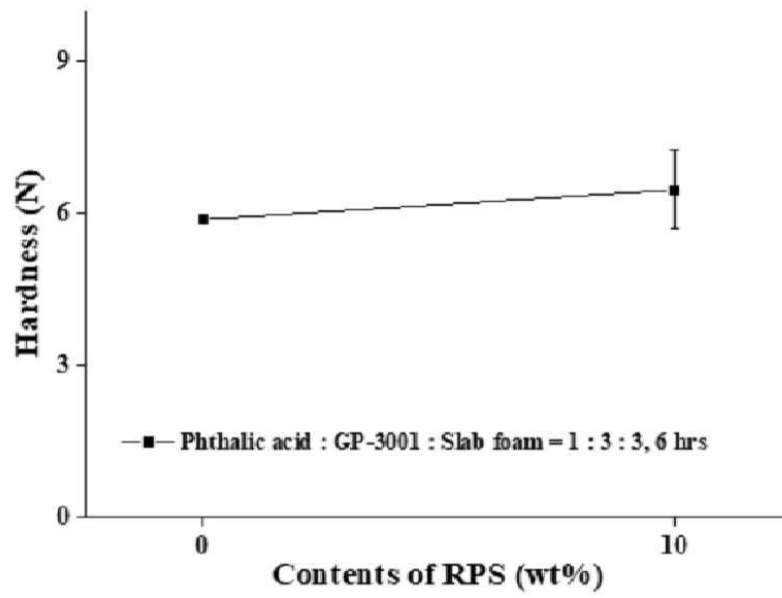
도면6



도면7



도면8



도면9

