



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0171261
(43) 공개일자 2024년12월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08G 18/36 (2006.01) C08G 18/08 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08G 18/36 (2013.01)
C08G 18/14 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2023-0068901
(22) 출원일자 2023년05월30일
심사청구일자 없음

(71) 출원인
현대자동차주식회사
서울특별시 서초구 현릉로 12 (양재동)
기아 주식회사
서울특별시 서초구 현릉로 12 (양재동)
경상국립대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
(72) 발명자
이정욱
서울특별시 양천구 목동서로 340, 906동 1301호
(신정동, 목동신시가지아파트9단지)
오정석
경상남도 진주시 새평거로 25, 101동 604호 (평거
동, 더 퀸즈웰가)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
한라특허법인(유한)

전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 발명의 명칭 바이오 폴리올의 제조방법, 바이오 폴리올을 포함하는 폴리우레탄 수지 조성물 및 이를 이용
한 폴리우레탄 폼의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 커피 부산물을 이용한 바이오 폴리올의 제조방법, 상기 바이오 폴리올을 포함하는 폴리우레탄 수지 조
성물, 및 이를 이용한 폴리우레탄 폼의 제조방법에 관한 것으로, 본 발명에 따르면 커피로부터 폴리올을 추출하
는 복잡한 공정을 간소화하여 단시간에 바이오 폴리올을 추출할 수 있어 비용적, 시간적 이점을 나타낸다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08G 2110/0008 (2021.01)

C08G 2110/0016 (2021.01)

(72) 발명자

김규리

경상남도 진주시 진주대로500번길 34 소담빌 102호

정성록

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

파리아 사르바란잔

경상남도 진주시 강남로177번길 7-8, 202호

명세서

청구범위

청구항 1

커피박(coffee ground)을 포함하는 커피 부산물, 및 폴리올 용매 혼합물을 혼합하는 단계를 포함하고, 상기 폴리올 용매 혼합물은 폴리올(polyol), 글리세롤(glycerol), 및 산(acid)을 포함하는 것인, 바이오 폴리올의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 혼합하는 단계는 135 내지 200 °C에서 0.5 내지 48시간 동안 수행되는 것인, 바이오 폴리올의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 폴리올은,

중량평균분자량이 400 내지 8,000 g/mol이고 수산기값은 26 내지 300 mgKOH/g이며,

에틸렌 옥사이드(ethylene oxide; EO)를 상기 폴리올의 총 중량을 기준으로 10 내지 30 중량% 포함하는 것인, 바이오 폴리올의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 산은 황산(sulfuric acid), 아디프산(adipic acid), 프탈산(phthalic acid), 숙신산(succinic acid) 및 말레익산(maleic acid)으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나를 포함하는 것인, 바이오 폴리올의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 폴리올 용매 혼합물은

폴리올을 상기 폴리올 용매 혼합물의 총 중량을 기준으로 50.1 중량% 초과 포함하는 것인, 바이오 폴리올의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 폴리올 용매 혼합물은

글리세롤을 상기 폴리올 용매 혼합물의 총 중량을 기준으로 0.1 내지 8 중량% 포함하는 것인, 바이오 폴리올의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 폴리올 용매 혼합물은

산을 상기 폴리올 용매 혼합물의 총 중량을 기준으로 0.8 내지 4 중량% 포함하는 것인, 바이오 폴리올의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 혼합하는 단계는

상기 커피 부산물 및 상기 폴리올 용매 혼합물을 20:80 내지 45:55 비율로 혼합하는 것인, 바이오 폴리올의 제조방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항의 제조방법으로 제조된 바이오 폴리올, 제1폴리올 및 제2폴리올을 포함하는 폴리올 시스템;

셀오프너, 정포제, 촉매, 사슬연장제, 가교제 및 발포제를 포함하는 첨가제; 및 이소시아네이트;를 포함하고,

상기 촉매는 수지화 촉매(gelling catalyst) 및 포화 촉매(blowing catalyst)를 포함하는 것인, 폴리우레탄 수지 조성물.

청구항 10

제9항에 있어서, 상기 폴리올 시스템은

상기 바이오 폴리올을 상기 제1폴리올 및 제2폴리올을 합한 100 중량부 기준으로 5 내지 80 중량부 포함하는 것인, 폴리우레탄 수지 조성물.

청구항 11

제9항에 있어서, 상기 폴리우레탄 수지 조성물은

상기 이소시아네이트를 상기 폴리올 시스템 및 첨가제를 합한 총 중량 대비 0.5 내지 20배 포함하는 것인, 폴리우레탄 수지 조성물.

청구항 12

제9항에 있어서, 상기 첨가제는

상기 폴리올 시스템 100 중량부를 기준으로,

상기 셀오프너를 0.1 내지 5중량부, 상기 정포제를 0.1 내지 2 중량부, 상기 촉매를 0.1 내지 5 중량부, 상기 사슬연장제를 0.1 내지 1 중량부, 상기 가교제를 0.1 내지 1 중량부, 및 상기 발포제를 0.1 내지 5 중량부 포함하는 것인, 폴리우레탄 수지 조성물.

청구항 13

커피박(coffee ground)을 포함하는 커피 부산물, 및 폴리올 용매 혼합물을 혼합하여 바이오 폴리올을 준비하는 단계;

상기 바이오 폴리올을 제1폴리올, 제2폴리올, 셀오프너, 정포제, 촉매, 사슬연장제, 가교제 및 발포제와 혼합하여 폴리올 프리믹스를 준비하는 단계;

상기 폴리올 프리믹스와 이소시아네이트를 혼합하여 폴리우레탄 수지 조성물을 준비하는 단계; 및

상기 폴리우레탄 수지 조성물을 발포시키는 단계;를 포함하는 폴리우레탄 폼 제조방법.

청구항 14

제13항에 있어서, 상기 폴리우레탄 수지 조성물을 준비하는 단계는

상기 폴리올 프리믹스를 1,400 내지 1,600 rpm으로 적어도 15초 이상 교반한 후, 상기 이소시아네이트와 혼합하는 것인, 폴리우레탄 폼 제조방법.

청구항 15

제13항에 있어서, 상기 폴리우레탄 수지 조성물을 준비하는 단계는

상기 폴리올 프리믹스와, 상기 폴리올 프리믹스의 총 중량 대비 0.5 내지 20배의 이소시아네이트를 혼합하는 것인, 폴리우레탄 폼 제조방법.

청구항 16

제13항에 있어서, 상기 제조방법에 의해 제조된 폴리우레탄 폼은

반경질 폼의 경우 압축강도가 0.5 kgf/cm^2 이상이고,

연질 폼의 경우 압축강도가 0.1 내지 0.14 kgf/cm^2 인 것인, 폴리우레탄 폼 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 커피 부산물을 이용한 바이오 폴리올의 제조방법, 상기 바이오 폴리올을 포함하는 폴리우레탄 수지 조성물, 및 이를 이용한 폴리우레탄 폼의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 폴리우레탄 폼은 폴리올, 이소시아네이트 및 첨가제를 배합하여 제조되는 것으로, 폴리올, 이소시아네이트 등 배합조건에 따라 연질 폼, 경질 폼, 반경질 폼 등의 다양한 특성을 가지는 형태로 제조될 수 있다. 연질 폴리우레탄 폼(flexible polyurethane foam)은 가구, 자동차 시트 폼 등의 제조에 사용될 수 있으며, 경질 폴리우레탄 폼(rigid polyurethane foam)은 양호한 단열성을 가지므로, 에너지 절약을 위해 널리 사용되고 있다.

[0003] 상기 원료 중 폴리올은 이소시아네이트(isocyanate)와 반응하여 거대 고분자를 형성하면서 경화가 이루어질 수 있는데, 경화 후 특성을 조절하기 위하여 여러 종류의 화합물이 배합될 수 있다. 예를 들어, 밀도를 조절하기 위하여 물리적 및 화학적 발포제가 사용될 수 있고, 경화속도를 조절하기 위하여 아민(amine) 및 금속 촉매가 첨가될 수 있다. 이에 따라 발포 폼의 구조와 특성이 달라질 수 있다.

[0004] 상기 폴리올은 일반적으로 석유 기반 원료에서 합성되나, 최근 친환경성에 대한 높은 관심으로 옥수수, 대두, 올리브 등 천연물로부터 합성하려는 연구가 계속되고 있다. 이와 관련하여 버려지는 커피찌꺼기를 이용하는 기술이 연구된 바 있으나, 커피찌꺼기로부터 커피 오일을 추출하고, 추출한 커피 오일을 개질하여 에폭시화된 커피 오일을 얻은 후, 알코올을 이용하여 커피 오일로부터 커피 폴리올을 수득하는 공정들을 포함하고 있어서, 전체 공정을 수행하려면 약 하루 가량의 시간이 필요하다는 문제가 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명의 목적은 커피 부산물 유래 바이오 폴리올의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0006] 본 발명의 다른 목적은 커피 부산물 유래 바이오 폴리올을 이용하여 제조되는 발포체에 관한 것이다.

[0007] 본 발명의 또 다른 목적은 커피 부산물로부터 추출한 바이오 폴리올로 발포체를 제조하는 방법에 관한 것이다.

[0008] 본 발명의 목적은 이상에서 언급한 목적으로 제한되지 않는다. 본 발명의 목적은 이하의 설명으로 보다 분명해질 것이며, 특허청구범위에 기재된 수단 및 그 조합으로 실현될 것이다.

과제의 해결 수단

[0009] 본 발명의 일 실시예에 따른 바이오 폴리올의 제조방법은 커피박(coffee ground)을 포함하는 커피 부산물 및 폴리올 용매 혼합물을 혼합하는 단계를 포함할 수 있다.

[0010] 상기 폴리올 용매 혼합물은 폴리올(Polyol), 글리세롤(glycerol), 및 산(acid)을 포함할 수 있다.

[0011] 상기 폴리올 용매 혼합물을 혼합하는 단계는 135 내지 200°C 에서 0.5 내지 48 시간 동안 수행될 수 있다.

[0012] 상기 폴리올은 중량평균분자량이 400 내지 $8,000 \text{ g/mol}$ 이고 수산기값은 26 내지 300 mgKOH/g 이며, 에틸렌 옥사이드(ethylene oxide; EO)를 상기 폴리올의 총 중량을 기준으로 10 내지 30 중량% 포함할 수 있다.

[0013] 상기 산은 황산(sulfuric acid), 아디프산(adipic acid), 프탈산(phthalic acid), 숙신산(succinic acid) 및 말레익산(maleic acid)으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나를 포함할 수 있다.

[0014] 상기 폴리올 용매 혼합물은 상기 폴리올을 상기 폴리올 용매 혼합물의 총 중량을 기준으로 50.1 중량% 초과 포함할 수 있다.

- [0015] 상기 폴리올 용매 혼합물은 상기 글리세롤을 상기 폴리올 용매 혼합물의 총 중량을 기준으로 0.1 내지 8 중량% 포함할 수 있다.
- [0016] 상기 폴리올 용매 혼합물은 상기 산을 상기 폴리올 용매 혼합물의 총 중량을 기준으로 0.8 내지 4 중량% 포함할 수 있다.
- [0017] 상기 폴리올 용매 혼합물을 혼합하는 단계는 커피 부산물 및 폴리올 용매 혼합물을 20:80 내지 45:55 비율로 혼합하는 것일 수 있다.
- [0018] 본 명세서에서 용어 '바이오 폴리올'은 천연물로부터 수득한 폴리올을 의미하는 것일 수 있다. 바이오 폴리올 또는 커피 폴리올은 커피, 커피 부산물 등으로부터 수득한 폴리올을 의미할 수 있다.
- [0019] 본 발명의 다른 일 실시예에 따른 폴리우레탄 수지 조성물은 상기 바이오 폴리올의 제조방법으로 제조된 바이오 폴리올, 제1폴리올 및 제2폴리올을 포함하는 폴리올 시스템; 셀오프너, 정포제, 촉매, 사슬연장제, 가교제 및 발포제를 포함하는 첨가제; 및 이소시아네이트;를 포함할 수 있다.
- [0020] 상기 제1폴리올은 중량평균분자량이 3,000 내지 10,000 g/mol이고 수산기값은 24 내지 32 mgKOH/g이며, 에틸렌 옥사이드(ethylene oxide; EO)를 상기 제1폴리올의 총 중량을 기준으로 10 내지 30 중량% 포함할 수 있다.
- [0021] 상기 제2폴리올은 폴리머 폴리올(polymer polyol)로서 점도가 6,000 내지 9,000 g/mol이고 수산기값은 18 내지 22 mgKOH/g이며, 상기 폴리머 폴리올의 총 중량을 기준으로 고체필러(filler)를 20 내지 42중량% 포함할 수 있다.
- [0022] 상기 촉매는 수지화 촉매(gelling catalyst) 및 발포 촉매(blowing catalyst)를 포함할 수 있다.
- [0023] 상기 폴리올 시스템은 상기 바이오 폴리올을 상기 제1폴리올 및 제2폴리올을 합한 100 중량부 기준으로 5 내지 80 중량부 포함하는 것일 수 있다.
- [0024] 상기 폴리우레탄 수지 조성물은 상기 이소시아네이트를 상기 폴리올 시스템 및 첨가제를 합한 총 중량 대비 0.5 내지 20배 포함하는 것일 수 있다.
- [0025] 상기 첨가제는 상기 폴리올 시스템 100 중량부를 기준으로, 상기 셀오프너를 0.1 내지 5중량부, 상기 정포제를 0.1 내지 2 중량부, 상기 촉매를 0.1 내지 5 중량부, 상기 사슬연장제를 0.1 내지 1 중량부, 상기 가교제를 0.1 내지 1 중량부, 및 상기 발포제를 0.1 내지 5 중량부 포함하는 것일 수 있다.
- [0026] 본 발명의 또 다른 일 실시예에 따른 폴리우레탄 폼 제조방법은 커피박(coffee ground)을 포함하는 커피 부산물 및 폴리올 용매 혼합물을 혼합하여 바이오 폴리올을 준비하는 단계; 상기 바이오 폴리올을 제1폴리올, 제2폴리올, 셀오프너, 정포제, 촉매, 사슬연장제, 가교제 및 발포제와 혼합하여 폴리올 프리믹스를 준비하는 단계; 상기 폴리올 프리믹스와 이소시아네이트를 혼합하여 폴리우레탄 수지 조성물을 준비하는 단계; 및 상기 폴리우레탄 수지 조성물을 발포시키는 단계;를 포함할 수 있다.
- [0027] 상기 폴리우레탄 수지 조성물을 준비하는 단계는 상기 폴리올 프리믹스를 1,400 내지 1,600 rpm으로 적어도 15 초 동안 교반한 후, 이소시아네이트와 혼합하는 것일 수 있다.
- [0028] 상기 폴리우레탄 수지 조성물을 준비하는 단계는 상기 폴리올 프리믹스를, 상기 폴리올 프리믹스의 총 중량 대비 0.5 내지 20배의 이소시아네이트와 혼합하는 것일 수 있다.
- [0029] 상기 제조방법에 의해 제조된 폴리우레탄 폼은 반경질 폼의 경우 압축강도가 0.5 kgf/cm^2 이상이고, 연질 폼의 경우 압축강도가 0.1 내지 0.14 kgf/cm^2 일 수 있다.

발명의 효과

- [0030] 본 발명에 따르면 우레탄의 원료가 되는 폴리올을 이용하여 액화 과정을 통해 커피 부산물로부터 직접 바이오 폴리올을 추출할 수 있으므로, 커피로부터 폴리올을 추출하는 복잡한 공정을 간소화하여 단지 약 1.5 내지 2시간 동안의 단시간에 별도의 세척, 또는 상 분리 과정을 필요로 하지 않고 바이오 폴리올을 추출할 수 있다.
- [0031] 본 발명에 따르면 바이오 폴리올을 추출하는 많은 공정을 간소화하여 비용적 및 시간적 이점을 나타내면서도, 종래 석유 기반 폴리올을 이용한 폴리우레탄 폼과 동등한 물성을 갖는 바이오 폴리올 기반 폴리우레탄 폼을 제조할 수 있다.

[0032] 본 발명의 효과는 이상에서 언급한 효과로 한정되지 않는다. 본 발명의 효과는 이하의 설명에서 추론 가능한 모든 효과를 포함하는 것으로 이해되어야 할 것이다.

도면의 간단한 설명

[0033] 도 1은 본 발명의 일 실험예에 따라 실시예 26 발포 폼을 촬영한 사진이다.
 도 2는 본 발명의 일 실험예에 따라 비교예 7 발포 폼을 촬영한 사진이다.
 도 3은 본 발명의 일 실험예에 따라 실시예 26 및 비교예 7 발포 폼의 흡음률을 측정한 그래프이다.
 도 4는 본 발명의 일 실험예에 따라 실시예 26 및 비교예 7 발포 폼의 압축강도를 측정한 그래프이다.
 도 5는 본 발명의 일 실험예에 따라 실시예 27 발포 폼을 촬영한 사진이다.
 도 6은 본 발명의 일 실험예에 따라 실시예 28 발포 폼을 촬영한 사진이다.
 도 7은 본 발명의 일 실험예에 따라 실시예 29 발포 폼을 촬영한 사진이다.
 도 8은 본 발명의 일 실험예에 따라 실시예 30 발포 폼을 촬영한 사진이다.
 도 9는 본 발명의 일 실험예에 따라 비교예 8 발포 폼을 촬영한 사진이다.
 도 10은 본 발명의 일 실험예에 따라 비교예 9 발포 폼을 촬영한 사진이다.
 도 11은 본 발명의 일 실험예에 따라 실시예 27-30 및 비교예 8 발포 폼의 흡음률을 측정한 그래프이다.
 도 12는 본 발명의 일 실험예에 따라 실시예 27-30 및 비교예 8 발포 폼의 압축강도를 측정한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0034] 이상의 본 발명의 목적들, 다른 목적들, 특징들 및 이점들은 첨부된 도면과 관련된 이하의 바람직한 실시예들을 통해서 쉽게 이해될 것이다. 그러나 본 발명은 여기서 설명되는 실시예들에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있다. 오히려, 여기서 소개되는 실시예들은 개시된 내용이 철저하고 완전해질 수 있도록 그리고 통상의 기술자에게 본 발명의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 제공되는 것이다.

[0035] 각 도면을 설명하면서 유사한 참조부호를 유사한 구성요소에 대해 사용하였다. 첨부된 도면에 있어서, 구조물들의 치수는 본 발명의 명확성을 위하여 실제보다 확대하여 도시한 것이다. 제1, 제2 등의 용어는 다양한 구성요소들을 설명하는데 사용될 수 있지만, 상기 구성요소들은 상기 용어들에 의해 한정되어서는 안 된다. 상기 용어들은 하나의 구성요소를 다른 구성요소로부터 구별하는 목적으로만 사용된다. 예를 들어, 본 발명의 권리 범위를 벗어나지 않으면서 제1 구성요소는 제2 구성요소로 명명될 수 있고, 유사하게 제2 구성요소도 제1 구성요소로 명명될 수 있다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다.

[0036] 본 명세서에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서 상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다. 또한, 층, 막, 영역, 판 등의 부분이 다른 부분 "상에" 있다고 할 경우, 이는 다른 부분 "바로 위에" 있는 경우뿐만 아니라 그 중간에 또 다른 부분이 있는 경우도 포함한다. 반대로 층, 막, 영역, 판 등의 부분이 다른 부분 "하부에" 있다고 할 경우, 이는 다른 부분 "바로 아래에" 있는 경우뿐만 아니라 그 중간에 또 다른 부분이 있는 경우도 포함한다.

[0037] 달리 명시되지 않는 한, 본 명세서에서 사용된 성분, 반응 조건, 폴리머 조성물 및 배합물의 양을 표현하는 모든 숫자, 값 및/또는 표현은, 이러한 숫자들이 본질적으로 다른 것들 중에서 이러한 값을 얻는 데 발생하는 측정의 다양한 불확실성이 반영된 근사치들이므로, 모든 경우 "약"이라는 용어에 의해 수식되는 것으로 이해되어야 한다. 또한, 본 기재에서 수치범위가 개시되는 경우, 이러한 범위는 연속적이며, 달리 지적되지 않는 한 이러한 범위의 최소값으로부터 최대값이 포함된 상기 최대값까지의 모든 값을 포함한다. 더 나아가, 이러한 범위가 정수를 지칭하는 경우, 달리 지적되지 않는 한 최소값으로부터 최대값이 포함된 상기 최대값까지를 포함하는 모든 정수가 포함된다.

[0038] 본 명세서에 있어서, 범위가 변수에 대해 기재되는 경우, 상기 변수는 상기 범위의 기재된 종료점들을 포함하는 기재된 범위 내의 모든 값들을 포함하는 것으로 이해될 것이다. 예를 들면, "5 내지 10"의 범위는 5, 6, 7, 8,

9, 및 10의 값들뿐만 아니라 6 내지 10, 7 내지 10, 6 내지 9, 7 내지 9 등의 임의의 하위 범위를 포함하고, 5.5, 6.5, 7.5, 5.5 내지 8.5 및 6.5 내지 9 등과 같은 기재된 범위의 범주에 타당한 정수들 사이의 임의의 값도 포함하는 것으로 이해될 것이다. 또한 예를 들면, "10% 내지 30%"의 범위는 10%, 11%, 12%, 13% 등의 값들과 30%까지를 포함하는 모든 정수들뿐만 아니라 10% 내지 15%, 12% 내지 18%, 20% 내지 30% 등의 임의의 하위 범위를 포함하고, 10.5%, 15.5%, 25.5% 등과 같이 기재된 범위의 범주 내의 타당한 정수들 사이의 임의의 값도 포함하는 것으로 이해될 것이다.

- [0040] 본 발명의 일 예는 커피박(coffee ground)을 포함하는 커피 부산물 및 폴리올 용매 혼합물을 혼합하는 단계를 포함하는 바이오 폴리올의 제조방법에 관한 것이다.
- [0041] 본 발명에 있어서 '커피 부산물'은 커피박(coffee ground)을 포함할 수 있다.
- [0042] 상기 커피박은 커피찌꺼기, 커피떡 등과 같은 의미로 사용될 수 있으며, 커피 생두를 고온의 온도에서 볶아 탄화시켜(로스팅) 커피 원두로 만들고, 커피 원두를 기계적으로 분쇄한 상태의 커피 분말로부터 고온의 물로 커피를 추출하고 남은 잔여물을 의미할 수 있다. 상기 커피박은 예를 들어, 에스프레소 머신, 드립커피용 커피 머신으로부터 커피를 추출하고 남은 부산물일 수 있다. 커피 생두를 로스팅하고 이를 다시 고온의 물로 커피를 추출한 후의 남은 잔재인 커피박은 커피 생두를 구성하는 다당류인 셀룰로오스의 일부 또는 전부가 탄화되어 카본, 세미그래핀, 카본 양자점(carbon quantun dots, CQD)을 포함할 수 있고, 동시에 커피 추출시 물로 인해 유기물 같은 성분들은 제거된 것일 수 있다.
- [0043] 상기 커피 부산물은 20 메쉬(mesh) 이상, 30 메쉬 이상 또는 40 메쉬 이상의 입도를 갖는 것일 수 있으며, 예를 들어, 40 메쉬 이상의 입도를 가질 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0044] 상기 커피 부산물은 80 ℃ 이상, 90 ℃ 이상, 100 ℃ 이상 또는 105 ℃ 이상으로 건조된 커피박을 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0045] 상기 커피 부산물은 6시간 이상, 12시간 이상, 18시간 또는 24시간 이상 건조된 커피박을 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0046] 상기 커피 부산물은 건조 후 100 ℃ 이하, 90 ℃ 이하, 80 ℃ 이하 또는 70 ℃ 이하에서 보관된 것일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0047] 일 구체예에서, 커피 부산물은 105 ℃에서, 24시간 동안 건조 후 70 ℃에서 보관된 커피박을 포함할 수 있다.
- [0048] 상기 폴리올 용매 혼합물을 혼합하는 단계는 135 내지 200 ℃, 150 내지 185 ℃ 또는 170 ℃에서 수행되는 것일 수 있으며, 예를 들어, 170 ℃에서 수행되는 것일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0049] 상기 폴리올 용매 혼합물을 혼합하는 단계는 0.5 내지 48시간, 0.5 내지 24시간, 0.5 내지 12시간, 0.5 내지 6시간, 0.5 내지 3시간, 0.5 내지 2시간, 1.5 내지 48시간, 1.5 내지 24시간, 1.5 내지 12시간, 1.5 내지 6시간, 1.5 내지 3시간 또는 1.5 내지 2시간 동안 수행되는 것일 수 있으며, 예를 들어, 1.5 시간 내지 2시간 동안 수행되는 것일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0050] 일 구체예에서, 폴리올 용매 혼합물을 혼합하는 단계는 135 내지 200 ℃에서 0.5 내지 48시간 동안 수행되는 것일 수 있다.
- [0051] 일 구체예에서, 폴리올 용매 혼합물을 혼합하는 단계는 170 ℃에서 1.5시간 내지 2시간 동안 수행되는 것일 수 있다.
- [0052] 상기 폴리올 용매 혼합물은 폴리올(polyol), 글리세롤(glycerol), 및 산(acid)을 포함할 수 있다.
- [0053] 상기 폴리올은 중량평균분자량이 400 내지 8,000 g/mol, 500 내지 7,000 g/mol 또는 6,000 g/mol일 수 있으며, 예를 들어, 6,000 g/mol일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0054] 상기 폴리올은 수산기값은 26 내지 300 mgKOH/g, 27 내지 290 mgKOH/g 또는 280 mgKOH/g일 수 있으며, 예를 들어, 280 mgKOH/g일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0055] 상기 폴리올은 에틸렌 옥사이드(ethylene oxide; EO)를 상기 폴리올의 총 중량을 기준으로 10 내지 30 중량%, 18 내지 22 중량% 또는 20 중량% 포함하는 것일 수 있으며, 예를 들어, 20 중량% 포함하는 것일 수 있으나, 이

에 한정되는 것은 아니다.

- [0056] 일 구체예에서, 상기 폴리올은, 중량평균분자량이 400 내지 8,000 g/mol이고 수산기값은 26 내지 300 mgKOH/g이며, 에틸렌 옥사이드(ethylene oxide; EO)를 상기 폴리올의 총 중량을 기준으로 10 내지 30 중량% 포함할 수 있다.
- [0057] 상기 글리세롤은 세 개의 하이드록시기(-OH)로 구성된 알코올로, 다양한 산업분야에서 널리 사용 가능하여 예를 들어, 피부 관리 및 화장품 분야에서는 보습제, 유화제, 향산화제로 사용되고, 약물 전달 시스템, 식품 산업, 의약품 및 화학 산업에서도 사용되는 성분을 의미할 수 있다.
- [0058] 상기 산은 황산(sulfuric acid), 아디프산(adipic acid), 프탈산(phthalic acid), 숙신산(succinic acid) 및 말레익산(maleic acid)으로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나를 포함할 수 있으며, 예를 들어, 황산을 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0059] 상기 폴리올 용매 혼합물은 상기 폴리올을 상기 폴리올 용매 혼합물의 총 중량을 기준으로 50.1 중량% 초과, 55 중량% 초과, 65 중량% 초과, 70 중량% 초과, 75 중량% 초과 또는 80 중량% 초과 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 상기 폴리올을 50.1 중량% 이하로 사용할 경우 반응에 있어 점도가 높아지므로 바이오 폴리올을 추출하기 어려울 수 있다.
- [0060] 상기 폴리올 용매 혼합물은 상기 글리세롤을 상기 폴리올 용매 혼합물의 총 중량을 기준으로 0.1 내지 8 중량%, 0.1 내지 7 중량%, 0.1 내지 6 중량%, 0.1 내지 6.7 중량%, 0.1 중량% 초과 8 중량% 이하, 0.1 중량% 초과 7 중량% 또는 0.1 중량% 초과 6.7 중량% 이하 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0061] 상기 글리세롤은 폴리올보다 낮은 점도 및 낮은 중량평균분자량을 갖는 물질로서, 커피 부산물로부터 바이오 폴리올을 추출하는 액화 반응(Liquefaction)의 개시제 역할을 할 수 있다. 상기 폴리올 용매 혼합물이 상기 글리세롤을 상기 폴리올 용매 혼합물의 총 중량을 기준으로 0.1 중량% 이하 포함할 경우 액화 반응의 개시제로서 역할을 수행하기 곤란하고, 8 중량% 초과 포함할 경우 액화 반응으로부터 수득한 바이오 폴리올로 폴리우레탄 폼 발포시 폼 표면이나 발포 특성을 저해할 수 있다.
- [0062] 상기 폴리올 용매 혼합물은 상기 산을 상기 폴리올 용매 혼합물의 총 중량을 기준으로 0.8 내지 4 중량%, 또는 0.8 중량% 초과 4 중량% 이하 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 상기 폴리올 용매 혼합물이 상기 산을 0.8 중량% 초과, 4 중량% 이하 포함할 경우 커피 부산물로부터 폴리올 추출을 촉진하여 추출시간을 단축할 수 있다. 만약 상기 산을 0.8 중량% 이하 이용할 경우 액화 반응이 진행되지 않거나 느리게 진행되어 생산효율이 감소될 수 있고, 4 중량% 초과 이용할 경우 흡음률, 압축강도 등과 같은 우레탄폼 발포 특성이 저하될 수 있다.
- [0063] 상기 폴리올 용매 혼합물을 혼합하는 단계는 커피 부산물 및 폴리올 용매 혼합물을 20:80 내지 45:55 비율로 혼합할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0064] 상기 바이오 폴리올의 제조방법은 폴리올 용매 혼합물을 분별용매에 분산시킨 후 여과지를 이용하여 미반응 커피 부산물을 제거하고, 상기 분별용매를 증발시켜 바이오 폴리올을 수득하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0065] 본 발명의 다른 일 예는 상기 바이오 폴리올의 제조방법으로 제조된 바이오 폴리올, 제1폴리올 및 제2폴리올을 포함하는 폴리올 시스템; 셀오프너, 정포제, 촉매, 사슬연장제, 가교제 및 발포제를 포함하는 첨가제; 및 이소시아네이트를 포함하고, 상기 촉매는 수지화 촉매(gelling catalyst) 및 발포 촉매(blowing catalyst)를 포함하는 폴리우레탄 수지 조성물에 관한 것이다.
- [0066] 상기 폴리올 시스템은 바이오 폴리올, 제1폴리올 및 제2폴리올을 포함할 수 있다.
- [0067] 상기 폴리올 시스템은 상기 바이오 폴리올을 상기 제1폴리올 및 제2폴리올을 합한 100 중량부 기준으로 5 내지 80 중량부, 5 내지 70 중량부, 5 내지 60 중량부, 5 내지 50 중량부 또는 5 내지 40 중량부 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 상기 폴리올 시스템이 상기 바이오 폴리올을 상기 제1폴리올 및 제2폴리올을 합한 100 중량부 기준으로 80 중량부 초과 포함할 경우 본 발명에 따른 폴리우레탄 폼의 흡음률 및 압축강도에 대한 물성을 구현하기 곤란할 수 있다.
- [0068] 상기 제1폴리올 및 제2폴리올은 각각 폴리에테르 또는 폴리에스터 폴리올(polyether 또는 polyester polyol)과 폴리머 폴리올(polymer polyol)의 일종으로 이소시아네이트와 반응하여 폴리우레탄 형성에 기여하는 것일 수 있다.

- [0069] 상기 폴리우레탄 수지 조성물은 상기 이소시아네이트를 상기 폴리올 시스템 및 첨가제를 합한 100 중량부 기준으로 30 내지 180 중량부 또는 50 내지 160 중량부 포함하는 것일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0070] 상기 폴리우레탄 수지 조성물은 폴리올 시스템, 첨가제 및 이소시아네이트를 배합하여 제조되는 것일 수 있다.
- [0071] 상기 폴리우레탄 수지 조성물이 상기 이소시아네이트를 상기 폴리올 시스템 및 첨가제를 합한 100 중량부 기준으로 30 내지 70 중량부, 40 내지 60 중량부 또는 50 중량부 포함할 경우, 상기 폴리우레탄 수지 조성물로 폴리우레탄 폼 발포시 연질 폼(Flexible Foam)의 특성을 가질 수 있다.
- [0072] 상기 폴리우레탄 수지 조성물이 상기 이소시아네이트를 상기 폴리올 시스템 및 첨가제를 합한 100 중량부 기준으로 140 내지 180 중량부, 150 내지 170 중량부 또는 160 중량부 포함할 경우, 상기 폴리우레탄 수지 조성물로 폴리우레탄 폼 발포시 반경질 폼(Semi-Rigid Foam)의 특성을 가질 수 있다.
- [0073] 본 명세서에서 용어 '폴리우레탄 폼(polyurethane foam)'은 폴리에스터(polyester) 또는 폴리에터(polyether)가 우레탄 반응을 통해 형성된 발포체를 의미할 수 있다.
- [0074] 본 명세서에 용어 '우레탄 반응(urethane reaction)'은 이소시아네이트와 알코올 또는 폴리올 간의 화학 반응으로 우레탄 결합을 형성하는 과정을 의미할 수 있다. 상기 이소시아네이트는 $-N=C=O$ 기를 포함하여 우레탄 반응 중 이중결합이 열리고 새로운 우레탄 결합을 형성할 수 있으며, 상기 폴리올은 복수 개의 $-OH$ 기를 포함하여 여러 개의 우레탄 결합을 형성할 수 있다.
- [0075] 폴리우레탄 폼은 밀도와 경도에 기반하여 연질 폼, 반경질 폼 및 경질 폼 등으로 구분될 수 있다. 상기 구분을 위한 기준은 산업분야(ex. 자동차 부품, 건축재, 가구)나 사용목적이나 용도(ex. 흡음재) 등에 따라 상이할 수 있다.
- [0076] 상기 첨가제는 상기 폴리올 시스템 100 중량부를 기준으로, 상기 셀오프너를 0.1 내지 5 중량부, 상기 정포제를 0.1 내지 2 중량부, 상기 촉매를 0.1 내지 5 중량부, 상기 사슬연장제를 0.1 내지 1 중량부, 상기 가교제를 0.1 내지 1 중량부, 및 상기 발포제를 0.1 내지 5 중량부 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0077] 상기 촉매는 수지화 촉매(gelling catalyst) 및 발포 촉매(blowing catalyst)를 포함할 수 있다.
- [0078] 상기 촉매는 수지화 촉매(gelling catalyst)를 상기 제1폴리올 및 제2폴리올 합한 100 중량부 기준으로, 0.05 내지 4 중량부, 0.05 내지 2 중량부, 0.05 내지 1 중량부, 0.5 내지 4 중량부, 0.5 내지 2 중량부 또는 0.5 내지 1 중량부 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0079] 상기 촉매는 발포 촉매(blowing catalyst)를 상기 제1폴리올 및 제2폴리올 합한 100 중량부 기준으로, 0.05 내지 1 중량부, 0.05 내지 0.5 중량부, 0.05 내지 0.3 중량부 또는 0.05 내지 0.15 중량부 포함할 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0080] 상기 첨가제는 상기 폴리올 시스템 100 중량부를 기준으로 상기 정포제(surfactant)를 0.1 내지 2 중량부 포함할 수 있다. 상기 정포제는 우레탄 폼 발포시 우레탄 시스템의 표면장력을 낮추어 기포성장을 촉진하여 폼의 구조적 안정성을 향상시키는 것일 수 있다. 상기 정포제가 0.1 중량부 미만 포함될 경우 폴리우레탄 폼이 구조적으로 불안정하여 붕괴될 수 있고, 2 중량부 초과 포함될 경우 본 발명에 따른 폴리우레탄 폼의 흡음률 및 압축강도에 대한 물성을 구현하기 곤란할 수 있다. 상기 정포제는 적어도 1종 이상을 사용할 수 있으며, 예를 들어, 서로 다른 함량을 갖는 이종의 정포제를 혼합하여 사용할 수도 있다.
- [0081] 상기 첨가제는 상기 폴리올 시스템 100 중량부를 기준으로 상기 발포제를 0.1 내지 5 중량부 포함할 수 있다. 상기 발포제는 폴리우레탄 폼 발포시 우레탄 반응 중 이산화탄소 가스를 생산하는 것일 수 있다. 상기 발포제는 물을 포함할 수 있다. 상기 발포제가 0.1 중량부 미만 포함될 경우 발포가 일어나지 않을 수 있고, 5 중량부 초과 포함될 경우 발포 과정 중 폼이 붕괴되는 문제가 발생할 수 있다.
- [0082] 상기 이소시아네이트는 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트(methylene diphenyl diisocyanate; MDI), 폴리머릭 메틸렌 디페닐 디이소시아네이트(polymeric methylene diphenyl diisocyanate), 톨루엔 디이소시아네이트(toluene diisocyanate; TDI), 헥사메틸렌 디이소시아네이트(hexamethylene diisocyanate), 트리메틸 헥사메틸렌 디이소시아네이트(trimethyl hexamethylene diisocyanate), 페닐렌 디이소시아네이트(phenylene diisocyanate), 디메틸 디페닐 디이소시아네이트(dimethyl diphenyl diisocyanate), 테트라 메틸렌 디이소시아네이트(tetra methylene diisocyanate), 이소포론 디이소시아네이트(isophorone diisocyanate), 나프탈렌 디이소시아네이트(naphthalene diisocyanate) 및 트리페닐 메탄 트리이소시아네이트(triphenyl methane

triisocyanate)로 이루어진 군으로부터 선택되는 적어도 하나일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

- [0083] 상기 폴리우레탄 수지 조성물은 상기 이소시아네이트를 상기 폴리올 시스템 및 첨가제를 합한 총 중량 대비 0.5 내지 20배 포함할 수 있으며, 폴리우레탄 폼의 용도, 및 바이오 폴리올, 제1폴리올 및 제2폴리올을 포함하는 폴리올 시스템의 당량비를 고려하여 상기 비율은 적절히 조절될 수 있다.
- [0084] 본 발명의 또 다른 일 예는 커피박(coffee ground)을 포함하는 커피 부산물, 및 폴리올 용매 혼합물을 혼합하여 바이오 폴리올을 준비하는 단계; 상기 바이오 폴리올을 제1폴리올, 제2폴리올, 셀오프너, 정포제, 촉매, 사슬연장제, 가교제 및 발포제와 혼합하여 폴리올 프리믹스를 준비하는 단계; 상기 폴리올 프리믹스와 이소시아네이트를 혼합하여 폴리우레탄 수지 조성물을 준비하는 단계; 및 상기 폴리우레탄 수지 조성물을 발포시키는 단계;를 포함하는 폴리우레탄 폼 제조방법에 관한 것이다.
- [0085] 상기 바이오 폴리올을 준비하는 단계는 진술한 바이오 폴리올의 제조방법과 실질적으로 중복되는 내용을 포함할 수 있고, 중복된 부분에 대한 설명은 생략할 수 있다.
- [0086] 상기 폴리우레탄 수지 조성물을 준비하는 단계는 상기 폴리올 프리믹스를 적어도 15초 이상 1,400 내지 1,600 rpm으로 교반한 후, 이소시아네이트와 혼합하는 것일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0087] 상기 폴리올 프리믹스는 상기 바이오 폴리올, 제1폴리올, 제2폴리올, 및 셀오프너, 정포제, 촉매, 사슬연장제, 가교제 및 발포제를 혼합한 혼합물일 수 있다.
- [0088] 상기 폴리우레탄 수지 조성물을 준비하는 단계는 상기 폴리올 프리믹스와, 상기 폴리올 프리믹스의 총 중량 대비 0.5 내지 20배의 이소시아네이트를 혼합하는 것일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0089] 상기 발포시키는 단계는 공지된 발포 컵, 항온수조 및 발포용 몰드 등을 이용하여 수행되는 것일 수 있다.
- [0090] 상기 발포시키는 단계는 폴리올 프리믹스에 이소시아네이트를 첨가한 후 짧은 시간 동안 고속으로 교반하는 것일 수 있다.
- [0091] 상기 폴리우레탄 폼 제조방법에 의해 제조된 폴리우레탄 폼은, 반경질 폼의 경우 압축강도가 0.5 kgf/cm^2 이상, 0.52 kgf/cm^2 이상, 0.54 kgf/cm^2 이상, 0.56 kgf/cm^2 이상, 0.58 kgf/cm^2 이상 또는 0.6 kgf/cm^2 이상일 수 있으며, 예를 들어, 0.6 kgf/cm^2 이상일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0092] 상기 폴리우레탄 폼 제조방법에 의해 제조된 폴리우레탄 폼은, 연질 폼의 경우 압축강도가 0.1 내지 0.14 kgf/cm^2 , 0.1 내지 0.13 kgf/cm^2 , 0.1 내지 0.12 kgf/cm^2 , 0.2 내지 0.14 kgf/cm^2 , 0.2 내지 0.13 kgf/cm^2 또는 0.2 내지 0.12 kgf/cm^2 일 수 있으며, 예를 들어, 0.2 내지 0.12 kgf/cm^2 일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0093] 이하 제조예 및 실험예를 통해 본 발명의 다른 형태를 보다 구체적으로 설명한다. 하기 제조예 및 실험예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 예시에 불과하며, 본 발명의 범위가 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0095] **제조예 1. 커피찌꺼기 기반 폴리올 제조**
- [0096] 표 1에 따른 배합성분 중 커피찌꺼기(spent coffee grounds; SCG)를 제외하고, 나머지 모든 성분을 표의 함량에 따라 3-넥 플라스크(3-neck flask)에 계량한 뒤 핫 플레이트(hot plate)와 오일 베스(oil bath)를 이용하여 170°C , 480 rpm에서 30분 동안 질소 기체 하에서 승온시켰다.
- [0097] 40 mesh 체로 거른 후 105°C 에서 24시간 건조 후 70°C 조건으로 보관된 SCG를 계량하여 상기 승온된 3-넥 플라스크에 투입하였고, 표 1의 반응시간에 따라 소정시간 동안 SCG를 액화 반응시켰다. 반응 결과물을 상온 수준으로 냉각하고 에탄올에 분산시킨 후, 필터지 및 진공 펌프를 이용하여 여과하였다.
- [0098] 필터지 상의 미반응 SCG를 70°C 이상 오븐에 overnight 동안 건조시킨 후 다음 식을 통해 전환율(conversion)을 산출하였다.
- [0099] [수학식 1]
- [0100] 전환율(Conversion)(%) = $\frac{\{(\text{반응 전 SCG의 무게} - \text{반응 완료후 미반응 SCG의 무게})\}}{\text{반응 전 SCG의 무게}} \times 100$

[0101] 한편, 여과를 통해 미반응 SCG가 걸러진 용액은 회전감압농축기(rotary evaporator)를 이용하여 95 ℃ 이상 조건으로 에탄올을 제거해주었고, 이후 바이알 병에 담아 하루 이상 흔들림이 없는 평평한 곳에 둔 후 커피 폴리올의 상(phase)을 관찰하였다.

표 1

[0102]

구분	조성(g)								반응 시간 (hr)	결과	
	PEG	GPX-600	GPX-600 0	글리세 롤	황산	SCG					
						(a)	(b)	(c)			
실시예1	-	81	-	9	2.7	30	-	-	1.5	2	47.8
실시예2	-	81	-	9	2.7	30	-	-	2	2	52.2
실시예3	-	-	81	9	2.7	30	-	-	1.5	1	6.2
실시예4	-	-	81	9	2.7	30	-	-	2	1	7
실시예5	-	81	-	9	2.7	-	30	-	1.5	1	56.9
실시예6	-	81	-	9	2.7	-	30	-	2	1	57.1
실시예7	-	-	81	9	2.7	-	30	-	1.5	1	16.8
실시예8	-	-	81	9	2.7	-	30	-	2	1	16.4
실시예9	-	81	-	9	2.7	-	-	30	1.5	1	55.8
실시예10	-	81	-	9	2.7	-	-	30	2	1	57.3
실시예11	-	-	81	9	2.7	-	-	30	1.5	1	13.7
실시예12	-	-	81	9	2.7	-	-	30	2	1	14.2
실시예13	-	81	-	9	2.7	-	30	-	0.5	1	47.9
실시예14	-	81	-	9	2.7	-	30	-	1	1	54.5
실시예15	-	81	-	9	2.7	-	30	-	4	1	60.7
실시예16	-	81	-	9	2.7	-	30	-	6	1	64.3
실시예17	-	81	-	9	2.7	-	30	-	24	1	67.8
실시예18	-	-	270	30	9	-	30	-	1.5	1	26.7
실시예19	-	-	270	30	9	-	10	-	1.5	1	29.5
실시예20	-	-	270	30	9	-	10	-	2	1	31.1
실시예21	-	-	270	30	9	-	10	-	4	1	34.3
실시예22	-	-	270	30	9	-	10	-	6	1	34.5
실시예23	-	-	270	30	9	-	10	-	24	1	37.4
실시예24		81		9	3.6		30		1.5	1	63.2
실시예25		81		9	3.6		30		2	1	65.3
비교예1	81	-	-	9	2.7	30	-	-	1.5	2	47.7
비교예2	81	-	-	9	2.7	30	-	-	2	2	56.1
비교예3	81	-	-	9	2.7	-	30	-	1.5	2	78.6
비교예4	81	-	-	9	2.7	-	30	-	2	2	82.2
비교예5	81	-	-	9	2.7	-	-	30	1.5	2	75.0
비교예6	81	-	-	9	2.7	-	-	30	2	2	76.6

[0103] - 커피찌꺼기(SCG)의 종류: (a) 혼합(mixed); (b) 콜롬비아 나리노 슈프리모(Colombia narino supremo); 및 (c) 에티오피아 코케 허니 예가체프(Ethiopia koke honey yirgacheffe).

[0105] 표 1을 참조하면, GPX-600 (Mw=600, 폴리올내 에틸렌옥사이드 20%, 수산기값 280 mgKOH/g)을 이용한 실시예 1-2, 실시예 5-6, 실시예 9-10, 실시예 13-17, 실시예 24-25의 경우 전환율은 47.8-67.8 % 범위 내에 나타나며 비교적 우수한 전환율을 가진다는 것을 알 수 있다. 이 중 mixed coffee ground(혼합 커피찌꺼기)를 사용한 실시예 1-2는 2상으로 나타나 별도 분리 과정이 필요하다는 문제가 있는 반면, 실시예 5-6, 실시예 9-10, 실시예 13-17, 실시예 24-25의 경우 1상으로 나타나 별도 분리 과정 없이 가공에 적용 가능하다는 장점이 있다.

[0106] 또한, 우레탄 폼의 제조원료로 사용되는 폴리올 중 하나인 GPX-6000 (Mw=6,000, 폴리올 내 에틸렌옥사이드 함량 15%, 수산기값 28 mgKOH/g)을 GPX-600과 동일한 무게로 이용한 실시예 3-4, 실시예 7-8, 실시예 11-12에서는 전환율이 6.2-16.8 %에 불과하였다. 하지만 당량비를 맞추어 실험을 진행한 실시예 18-23에서는 26.7-37.4% 범위의 전환율을 나타내어 비교적 높았던 것으로 추정되었다. GPX-6000을 이용한 실시예의 폴리올들은 모두 1상으로 나타났다.

[0107] 비교예 1-6은 47.7~82.2 % 범위의 전환율을 나타내어 GPX-600과 유사하거나 또는 높은 수준의 전환율을 나타내었으나 모두 2상으로 관찰되어 별도의 분리 공정을 거쳐야 하는 문제가 있었다.

[0108] 폴리올 시스템(polyol system)에서 '1상'과 '2상'은 시스템 내 구성요소들이 혼합상태에서 어떻게 분리 가능한지를 나타내는 용어로서, '1상'은 모든 구성 요소들이 혼합되어 하나의 단일한 상태를 형성하는 경우를 의미하고, '2상'은 두 개 이상의 구성 요소들이 서로 분리되어 다른 상태를 형성하는 경우를 의미할 수 있다. 2상의 경우, 폴리올과 다른 성분들이 상이한 물리적 특성을 가지기 때문에 특정 폴리올을 분리하기 위해서 별도 분리 공정을 필요로 할 수 있다.

[0109] 상기 결과로부터 단일 원두, GPX-600 폴리올을 용매로 이용할 경우, 별도 분리공정을 필요로 하지 않는 1상을 가지며 전환율이 높아 바이오매스 함량이 증가된 우레탄 폼의 제조에 가장 유용하다는 것을 도출하였다. 그 중에서도 특히, 반응시간이 가장 적은 실시예 중 전환율이 가장 높은 실시예 5의 폴리올을 활용하여 후술하는 제조에 2에서 폴리우레탄 폼으로 발포시킨 후 물성을 평가하였다.

[0111] 제조예 2. 커피찌꺼기 기반 폴리올을 포함하는 폴리우레탄 폼 제조

[0112] 실시예 5 폴리올로 폴리우레탄 폼을 발포하고, 발포 시간 및 물성을 평가하였다. 발포를 위한 폴리우레탄 수지 조성물의 배합 예는 표 2에 나타내었다. 구체적으로, GPX-6000 (중량평균분자량 Mw=6,000 g/mol, 폴리올 내 에틸렌옥사이드 함량 15 wt% 및 수산기값 28 mgKOH/g인 폴리에테르 폴리올)를 포함하는 제1폴리올, 수산기값 20 mgKOH/g, 고체필러의 함량이 40 중량%인 POP-6040(polymer polyol)를 포함하는 제2폴리올로, GEX-3300를 포함하는 셀오프너(cell opener), L-3002(Momentive사)와 L-5309(Momentive사)를 포함하는 정포제, ETF(Tosoh사)를 포함하는 포화 촉매(blowing catalyst), Dabco-33LV(33% triethylenediamine 및 67% dipropylene glycol; Air Products and Chemicals, 미국)를 포함하는 수지화 촉매(gelling catalyst), 1,4-부틸렌 글리콜(1,4-Butylene Glycol; 1,4-BG)를 포함하는 사슬연장제, 디에탄올아민(Diethanolamine; DEOA)를 포함하는 가교제, 및 물을 포함하는 발포제(blowing agent)를 이용하였다.

[0113] 표 2에 따라 폴리올 프리믹스(X)를 발포 컵에 투입하고 중탕으로 액온이 25 ℃가 되도록 하였다. 다른 용기에 이소시아네이트(Y)를 상기 폴리올 프리믹스와 당량비가 1:1.6 또는 2:1이 되도록 개량한 후 마찬가지로 액온이 25 ℃가 되도록 하였다. 폴리올 용매 혼합물을 1,500 rpm에서 15 초 이상 혼합한 후, 이소시아네이트를 첨가하고 3,000 rpm에서 5초 이내로 혼합해준 뒤 발포용 틀에 부어주었다.

표 2

[0114]

구분(중량부,phr)	실시예26	실시예27	실시예28	실시예29	실시예30	비교예7	비교예8	비교예9
(X)	제1폴리올	60	60	60	60	60	70	60
	제2폴리올	30	30	30	30	30	30	30
	실시예 5 폴리올	10	10	10	10	10	-	-
	비교예 3 폴리올	-	-	-	-	-	-	10
	셀오프너	2	2	2	2	2	2	2
	제1정포제	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
	제2정포제	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	포화촉매	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
	수지화촉매	0.5	0.5	0.6	0.8	1.0	0.5	0.5
	사슬연장제	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
	가교제	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	발포제	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8
(X):(Y)		1:1.6	2:1	2:1	2:1	2:1	1:1.6	2:1

[0115] - (X): 폴리올 프리믹스, (Y): 이소시아네이트(KI-2000)

[0116] - (X):(Y)=1:1.6인 경우 반경질 폼 형성

[0117] - (X):(Y)=2:1인 경우 연질 폼 형성

[0118] 상기 중량부 단위는 제1폴리올 및 제2폴리올에 있어서, 실시예 5 폴리올 또는 비교예 3 폴리올을 포함하는 전체 폴리올 시스템 100중량부를 기준으로 하는 것일 수 있다.

[0120] 1-1. 높이 및 밀도

[0121] 실시예 5 폴리올을 이용하여 반경질 폼(semi-rigid foam)으로 발포한 실시예 26를 촬영하여 도 1에, 실시예 5 폴리올을 이용하지 않은 비교예 7을 도 2에 나타내었고, 높이 및 밀도를 측정하여 표 3에 나타내었다.

표 3

구분	실시예26	비교예7
높이 (cm)	14.0	18.0
밀도 (kg/m^3)	26	20

[0124] 표 3에서 확인할 수 있듯이, 실시예 26의 높이는 14.0 cm, 밀도는 26 kg/m^3 인 것으로 측정되어 비교예 7의 높이 18.0 cm, 밀도 20 kg/m^3 와 근접하였다.

[0126] 1-2. 흡음률

[0127] 실시예 26 및 비교예 7의 흡음률을 관내법(29Psi, 28t 시편)으로 0.4 내지 6 kHz 구간을 측정하여 산술평균값으로 평가하여 도 3에 나타내었다.

[0128] 도 3에서 확인할 수 있듯이, 실시예 5 폴리올의 첨가 여부와 무관하게 실시예 26 및 비교예 7의 흡음률은 유사한 것으로 측정되었다.

[0130] 1-3. 압축강도

[0131] 실시예 26 및 비교예 7의 압축강도를 ISO3386-1 규격에 맞추어 지름 100 mm 원형, 28t 시편을 100 mm/min 속도로 10, 25, 50% 압축시 그 응력을 기록하여 도 4에 나타내었다.

[0132] 도 4에서 확인할 수 있듯이, 비교예 7의 압축강도 약 0.48 kgf/cm^2 대비 실시예 5 폴리올을 포함하는 실시예 26의 압축강도는 약 0.77 kgf/cm^2 인 것으로 측정되어, 압축강도 면에서 약 60% 향상된 바 반경질 폼으로서 우수한 물성을 가지는 것으로 나타났다.

[0133] 종합하면, 본 발명에 따라 제조된 반경질 폼의 경우, 종래기술 대비 동등한 흡음률을 나타내면서 압축강도가 더 우수함을 확인하였다.

[0135] 실험예 2. 물성 평가 - 연질 폼

[0136] 2-1. 높이 및 밀도

[0137] 실시예 5 폴리올을 이용하여 연질 폼(flexible foam)으로 발포한 실시예 27 내지 실시예 30을 촬영하여 도 5 내지 도 8에, 실시예 5 폴리올을 이용하지 않은 비교예 8을 도 9에, 비교예 3 폴리올을 이용한 비교예 9를 도 10에 각각 나타내었고, 높이 및 밀도를 측정하여 표 4에 나타내었다.

표 4

구분	실시예27	실시예28	실시예29	실시예30	비교예8	비교예9
높이 (cm)	17.9	18.4	20.4	20.2	18.5	5.5
밀도 (kg/m^3)	57	45	33	32	35	-

- [0140] 표 4에서 확인할 수 있듯이, 연질 품인 실시예 28의 높이는 18.4 cm로 측정되어 비교예 8의 높이 18.5 cm와 가장 근접하였고, 실시예 29의 밀도는 33 kg/m^3 로 측정되어 비교예 8의 밀도 35 kg/m^3 와 가장 근접하였다.
- [0141] 실시예 5 폴리오일이 아닌, 비교예 3의 PEG 함유 폴리오일을 이용한 비교예 9는 정상적으로 발포가 이루어지지 않고 붕괴되어 높이가 5.5 cm로 낮았고 붕괴로 인해 물성 평가가 불가능하였다.
- [0143] **2-2. 흡음률**
- [0144] 실시예 27 내지 실시예 30, 및 비교예 8의 흡음률을 관내법(29Ψ, 28t 시편)으로 0.4 내지 6 kHz 구간을 측정하여 도 11에 나타내었다.
- [0145] 도 11에서 확인할 수 있듯이, 연질품인 실시예 27 내지 실시예 30의 흡음률은 1,600 Hz 이하에서 비교예 8에 비해 높은 수준을 보였다.
- [0147] **2-3. 압축강도**
- [0148] 실시예 27 내지 실시예 30, 및 비교예 8의 압축강도를 ISO3386-1 규격에 맞추어 50mm*50mm*25mm 시편을 100 mm/min 속도로 10, 25, 50% 압축 시 그 응력을 측정하여 도 12에 나타내었다.
- [0149] 도 12에서 확인할 수 있듯이, Dabco-33LV 함량이 0.5로 동일한 비교예 8과 실시예 2 비교하면, 실시예 5 폴리오일을 포함할 경우 상대적으로 높은 압축강도를 나타내었다. Dabco 함량이 0.6중량부인 실시예 28은 여전히 비교예 8 대비 상대적으로 높았으나, Dabco 함량이 증가하면 압축강도는 감소하는 추세가 나타났다. 비교예 8 대비 낮은 압축강도를 나타내는 실시예 29(Dabco 0.8중량부) 및 실시예 30(Dabco 1.0중량부)의 압축강도는 서로 동등한 것으로 나타났다.
- [0150] 종합하면, 본 발명에 따라 제조된 연질 품의 경우 수지화 촉매(gelling catalyst)의 함량을 조절하여 연질 품의 압축강도를 자유롭게 조절할 수 있음을 확인하였다.

도면

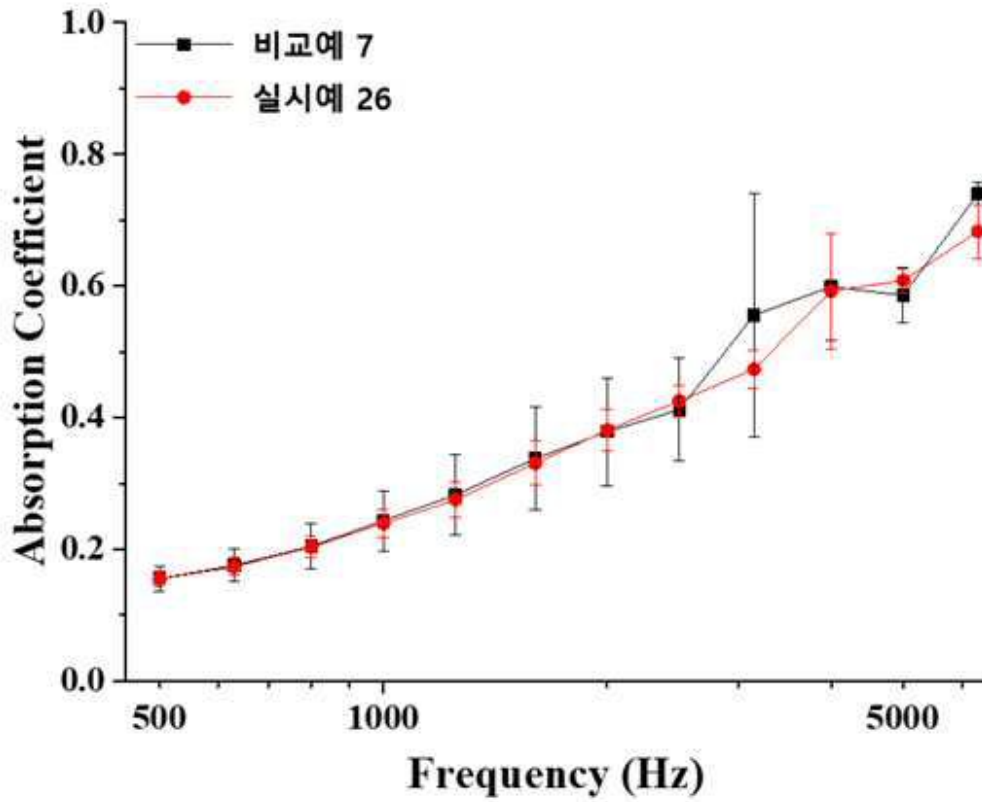
도면1



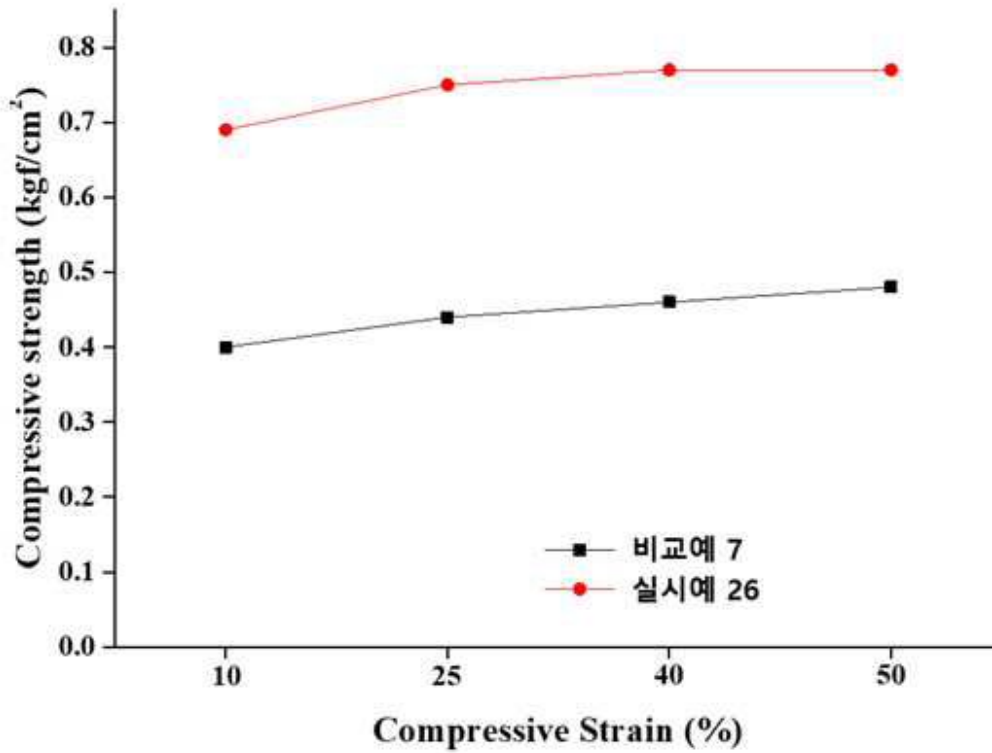
도면2



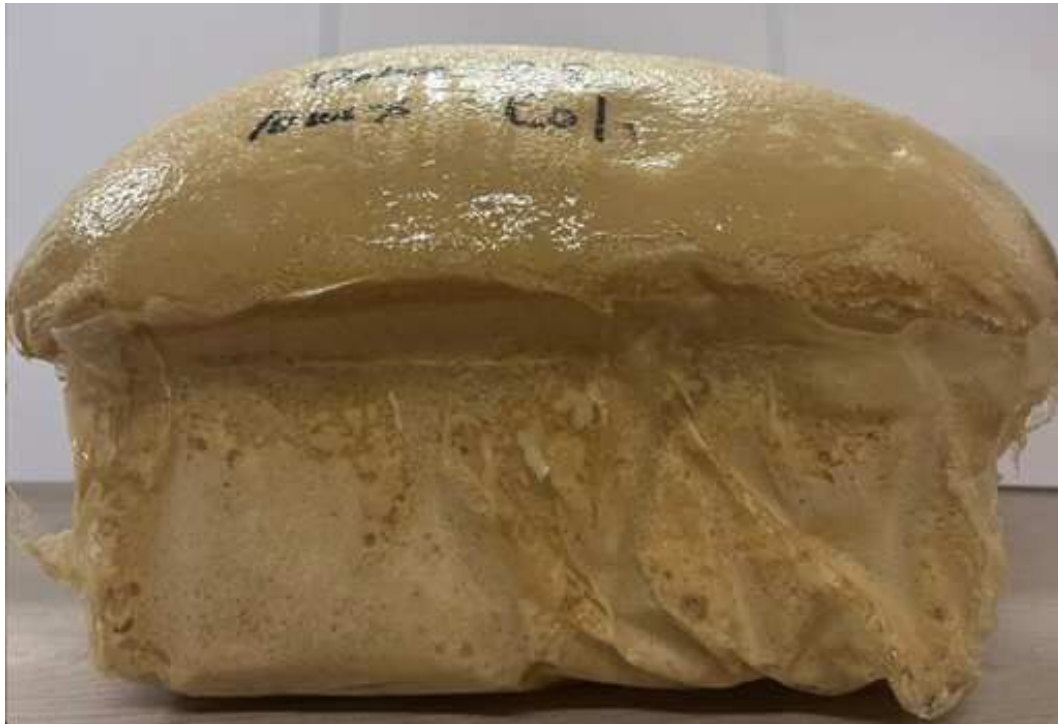
도면3



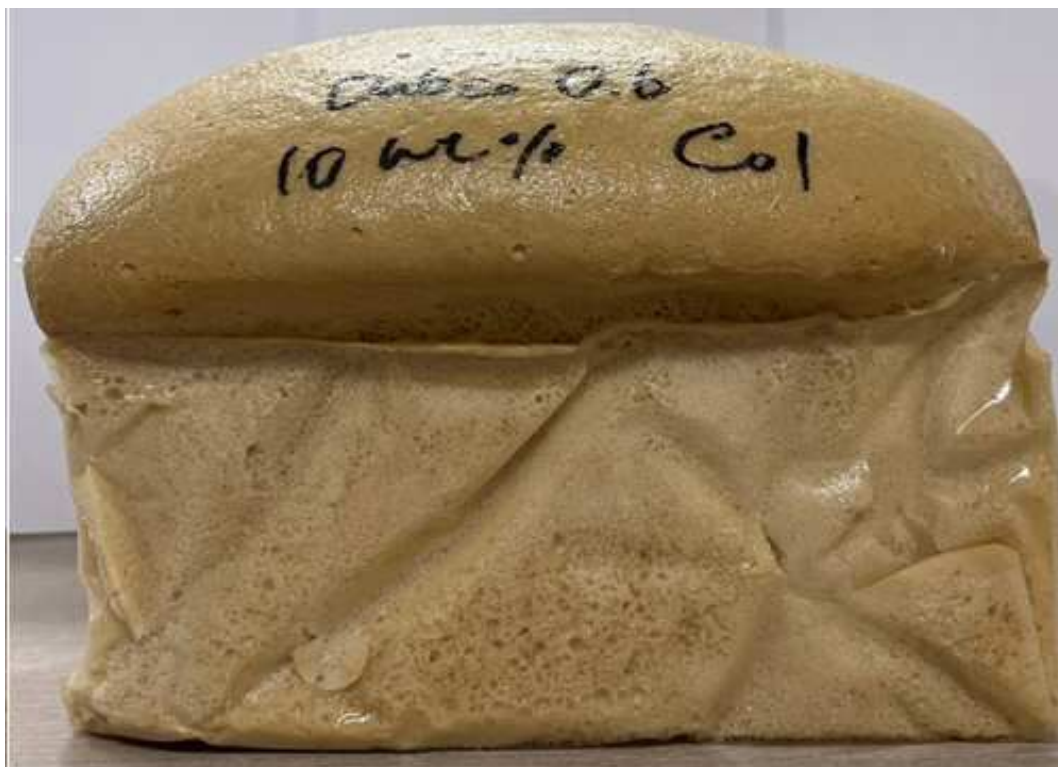
도면4



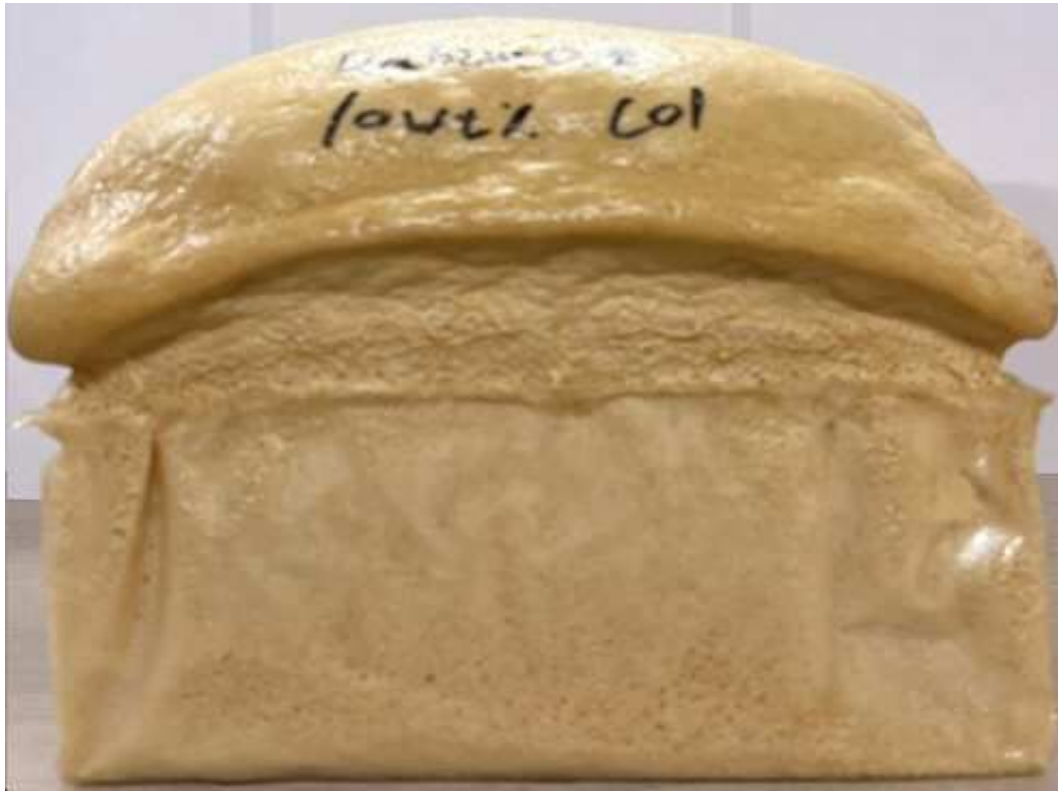
도면5



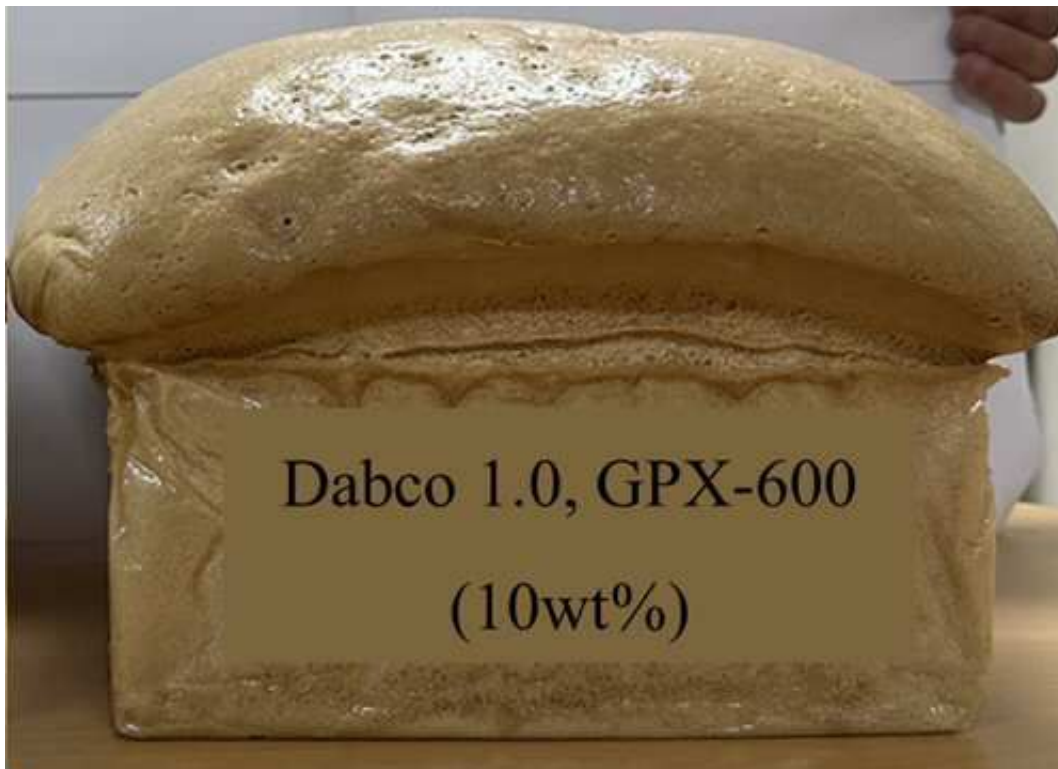
도면6



도면7



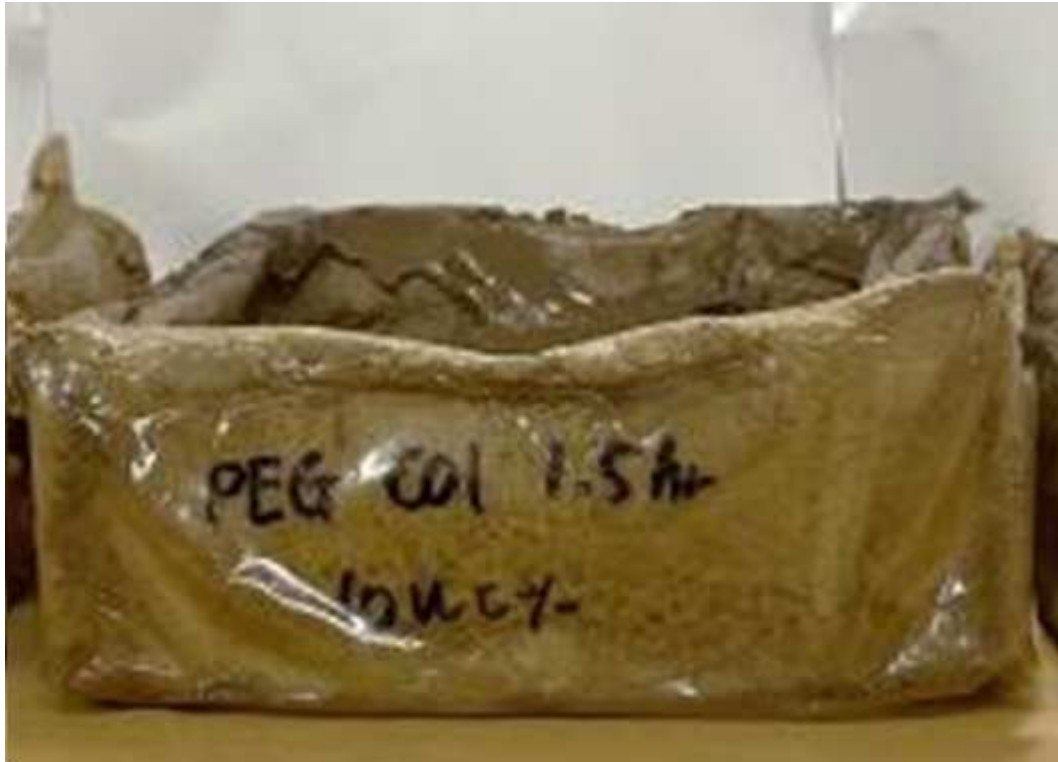
도면8



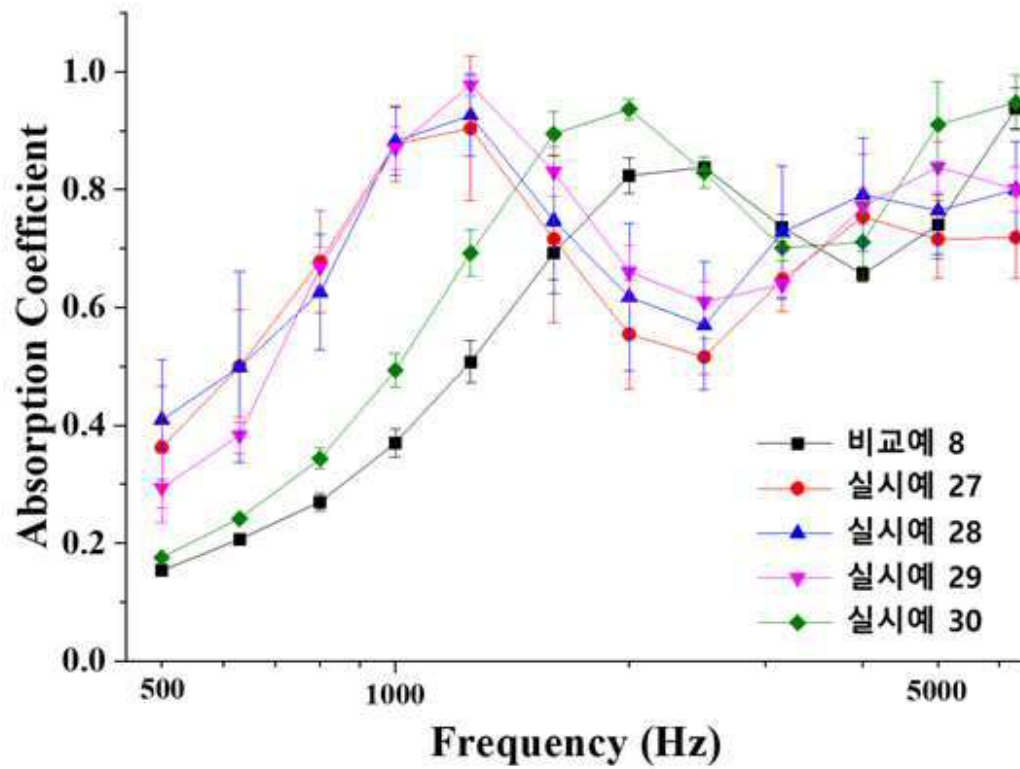
도면9



도면10



도면11



도면12

