(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0134535
(43) 공개일자 2024년09월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 11/16 (2006.01) *B01J 21/02* (2006.01)
C07C 227/18 (2006.01) *C07C 67/20* (2006.01)
C07C 69/80 (2006.01) *C08J 11/22* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08J 11/16 (2013.01)
B01J 21/02 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2023-0027712
(22) 출원일자 2023년03월02일
심사청구일자 2023년03월02일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 미추홀구 인하로 100(용현동, 인하대학교)
(72) 발명자
조창범
서울특별시 중구 서소문로9길 28, 201동 1003호(순화동, 덕수궁롯데캐슬)
샤이크 탄비르 마흐마드 알리
인천광역시 미추홀구 한나루로 489(용현동)
아르모 수달라이
인천광역시 미추홀구 재넘이길 130(용현동, 태일빌리지)
(74) 대리인
특허법인태백

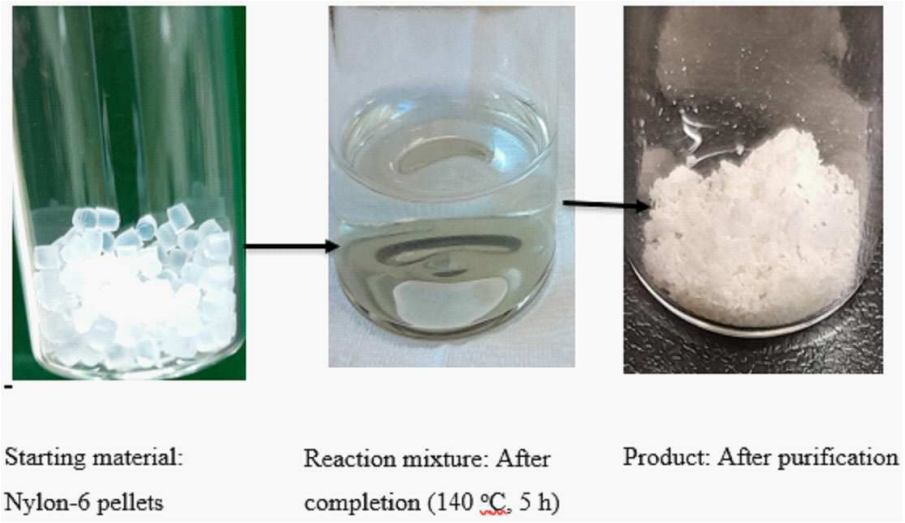
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 촉매 및 이를 이용한 해중합 방법**

(57) 요 약

본 발명은 붕소를 포함하는 촉매가 첨가된 극성 용매와 아마이드 작용기를 포함하는 고분자를 교반하여 해중합 반응을 진행하는 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법 및 상기 해중합 방법에 의하여 수득된 단량체에 관한 것으로, 본 발명에 따른 붕소를 포함하는 촉매를 폴리아마이드의 해중합에 적용하는 경우 저렴한 비용으로 효율적인 공정을 수행하여 단량체인 카르복시산 및 에스터 유도체를 수득함으로써 부가가치를 창출할 수 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C07C 227/18 (2013.01)
C07C 229/08 (2013.01)
C07C 67/20 (2013.01)
C07C 69/80 (2013.01)
C08J 11/22 (2013.01)
C08J 2377/06 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711179595
과제번호 2021H1D3A2A02096500
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 인재활용확산지원
연구과제명 이산화탄소 산화제 또는 반응물로 이용한 불균일계 비대칭 촉매 반응 및 약물 합성으로의 응용
기 여 율 1/1
과제수행기관명 인하대학교
연구기간 2023.01.01 ~ 2023.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

붕소를 포함하는 촉매가 첨가된 극성 용매와 아마이드 작용기를 포함하는 고분자를 교반하여 해중합 반응을 진행하는 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 붕소를 포함하는 촉매는 삼불화붕소디에틸에테르(BF_3OEt_2), 삼불화붕소디메틸에테르(BF_3OMe_2), 붕산(boric acid), 붕사(borax), 트리에틸 붕산염 (Triethyl borate), 삼불화붕소(trifluoroboron) 및 소듐테트라메톡시보레이트(sodiumtetramethoxy borate) 중에서 선택된 하나 이상인 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 아마이드 작용기를 포함하는 고분자는 나일론-6 또는 아라미드(aramide)인 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 극성 용매는 물, 메탄올, 에탄올, 프로판올, 벤질알코올, 톨루엔, 자일렌, 아세톤, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 아세토니트릴, 프로피오니트릴, 아미노프로피오니트릴, 메틸아미노프로피오니트릴, 이미노디프로피오니트릴, 부틸로니트릴, 메틸부텐니트릴, 부타넨니트릴, 메틸에틸에테르, 디에틸에테르, 메틸페닐에테르, 에틸페닐에테르, 디메톡시벤젠, 트리메톡시벤젠, 메톡시페놀, 테트라하이드로퓨란, 메틸테트라하이드로퓨란, 다이옥산, 클로로메탄, 디클로로메탄, 클로로포름, 클로로벤젠 및 디클로로벤젠 중에서 선택된 하나 이상인 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 교반 온도는 80~300 ℃인 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

붕소를 포함하는 촉매, 극성 용매 및 아마이드 작용기를 포함하는 고분자가 반응한 혼합물에 염기나 물을 첨가하여 반응을 종료시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 염기는 탄산수소나트륨($NaHCO_3$), 탄산나트륨(Na_2CO_3) 및 산화알루미늄(Al_2O_3) 중에서 선택된 하나 이상인 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법.

청구항 8

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 따른 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법에 의하여 수득된 단량체.

청구항 9

제 8 항에 있어서,

상기 단량체는 카르복시산(carboxylic acid), 메틸 6-아미노헥사노에이트(methyl 6-aminohexanoate) 및 디메틸 이소프탈레이트(dimethyl isophthalate) 중에서 선택된 하나 이상인 것을 특징으로 하는 단량체.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 촉매 및 이를 이용한 해중합 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 플라스틱은 강도, 가벼움, 내구성, 투명성, 그리고 내열성 등의 특징 때문에 장난감, 건축 외장재, 가전제품, 의류 등 우리 생활에 필요한 다양한 제품에 사용되어왔다. 이러한 플라스틱은 2000년에 전세계적으로 2억 3400만 톤이 생산됐고, 이는 점차 증가해 2019년에 4억 6000만 톤으로 약 두 배의 증가폭을 나타내며 이제 우리 생활에서 필수불가결한 물질이 되었음을 보인다. 하지만 사용 후 플라스틱에 대한 관리는 제대로 진행되지 않아 플라스틱 폐기물은 2000년 1억 5600만 톤 대비 2019년에 3억 5300만 톤으로 두 배 이상 증가했다. 관리되지 않은 폐기물들은 자연으로 흘러들어가 심각한 환경오염을 야기하거나, 미세플라스틱으로 분해되어 인체에 흡수되는 문제를 초래한다.

[0003] 사용 후 플라스틱을 재활용하는 방법에는 크게 물리적, 열적, 화학적 재활용이 있다. 물리적 재활용은 플라스틱 재활용의 가장 대표적이고 전통적인 방법으로 폐기물을 파쇄하여 세척한 후 재생 펠렛을 만드는 방법이다. 이 방법은 플라스틱의 성질을 변화시키지 않으며, 단순한 공정으로 처리 및 운전 비용이 저렴하다. 또한 재활용 과정에서 탄소를 적게 배출한다는 장점이 있지만, 재활용을 반복할수록 플라스틱의 품질이 저하된다는 단점이 있다. 열적 재활용은 폐기물을 산소가 없는 반응기에 넣고 열을 이용하여 가스나 오일로 분해하는 기술이다. 이 기술을 통해 재활용이 불가능했던 혼합 플라스틱이나 비닐류 등도 재활용이 가능해졌지만, 공정 시 다양한 부반응 생성물 및 유해가스와 미세먼지가 발생하는 등 환경적, 처리비용적 문제가 발생한다. 화학적 재활용은 화학반응을 통해 플라스틱을 해중합하여 원재료인 단량체(monomer)로 되돌리는 방법이다. 이 방법을 통해 얻은 단량체를 중합하여 다시 플라스틱을 제조했을 때, 처음과 같은 고품질의 제품을 얻을 수 있어 각광받고 있는 방법이다.

[0004] 폴리아마이드는 화학, 섬유, 플라스틱 산업에서 자주 쓰이는 물질이다. 특히, 나일론-6은 1930년에 처음 발견된 이후로 사치품으로 사용되고 현대 사회에 들어 그 필요성이 전 세계적으로 증가함에 따라 수요가 매우 커졌다. 이러한 폴리아마이드의 방향족 버전 중 하나인 Kevlar는 방탄 조끼와 내고온성 의류에 사용되어 왔다. 폴리아마이드는 단량체(monomer)의 축합반응(condensation)에 의해 합성된다. (-HN-C=O) 이러한 아마이드 결합들은 강력하고 안정적이어서 고온과 고압에서 쉽게 분해되지 아니하고 끊어지지 않는다. 따라서, 극히 제한된 범위의 시약들 만이 C-N 결합을 끊을 수 있다고 알려져 있다.

[0005] 최근 전세계적인 화두는 폐플라스틱 쓰레기의 처리 문제다. 이는 일상생활에서 사용되는 컵, 세제 통 등에서 만들어지며, 산업에서 버려진 와이어, 필름, 섬유 등에서 발생되기도 한다. 이러한 플라스틱들을 매립되는 경우가 많은데, 이는 강, 쓰레기 매립지, 바다를 오염시키는 심각한 환경 문제를 야기한다. 이는 플라스틱의 자연 분해가 수세기에 걸쳐 이루어지기 때문이다. 그러므로 플라스틱 쓰레기의 처리 문제는 환경과 인류에게 큰 짐이 되고 있다.

[0006] 강력한 아마이드 결합(-HN-C=O)과 이러한 폴리아마이드의 안정성 때문에, 나일론-6의 해중합에는 관심이 덜 했다. 이러한 점을 고려했을 때, 열분해(pyrolysis), 가수분해(hydrolysis), 미생물 분해(microbial degradation), 초임계 유체를 이용한 분해(supercritical solvents), 이온성 액체(ionic liquid)를 이용한 글리콜리시스(glycolysis), 그리고 더 최근에는 Nb, Ru, 과 같은 전이 금속이 포함된 유기 금속 촉매를 이용해 나일론-6의 해중합(depolymerization)을 성공시켰다고 알려져 있다. 하지만 이러한 물질들은 몇몇 문제점들이 있다. (i) 고온 고압의 조건의 반응으로 인해 많은 부산물을 생성한다는 것(ii) 가격이 매우 비싼 촉매를 사용한

다는 것 (iii) 금속 촉매의 사용은 또 다른 폐기물을 발생시키고 이는 지속가능성과 환경친화적 측면에서 문제가 있을 수 있다.

[0007] 따라서, 상기 문제를 해결하기 위하여 폴리아마이드의 해중합을 위한 저비용의 촉매 개발과 이를 이용하여 효율적으로 해중합할 수 있는 기술이 요구된다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제10-2018-0027539호(2018. 03. 14. 공개)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명의 목적은 저렴한 촉매를 이용하여 효율적인 공정으로 해중합이 가능한 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법을 제공하는 데에 있다.

[0010] 본 발명의 다른 목적은 상기 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법에 의하여 수득된 단량체를 제공하는 데에 있다.

과제의 해결 수단

[0011] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 붕소를 포함하는 촉매가 첨가된 극성 용매와 아마이드 작용기를 포함하는 고분자를 교반하여 해중합 반응을 진행하는 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법을 제공한다.

[0012] 또한, 본 발명은 상기 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법에 의하여 수득된 단량체를 제공한다.

발명의 효과

[0013] 본 발명에 따른 붕소를 포함하는 촉매를 폴리아마이드의 해중합에 적용하는 경우 저렴한 비용으로 효율적인 공정을 수행하여 단량체인 카르복시산 및 에스터 유도체를 수득함으로써 부가가치를 창출할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0014] 도 1은 본 발명에 따른 나일론-6의 해중합 과정을 순차적으로 나타낸 사진이다.

도 2는 본 발명에 따른 나일론-6의 해중합을 통해 수득한 단량체인 메틸 6-아미노헥사노에이트(methyl 6-aminohexanoate)의 IR spectrum 결과이다.

도 3은 본 발명에 따른 나일론-6의 해중합을 통해 수득한 단량체인 메틸 6-아미노헥사노에이트(methyl 6-aminohexanoate)의 ^{1}H-NMR spectrum 결과이다.

도 4는 본 발명에 따른 아라미드(aramide)의 해중합을 통해 수득한 단량체인 디메틸 이소프탈레이트(dimethyl isophthalate)의 얇은막 크로마토그래피(Thin Layer Chromatography; TLC) 결과이다.

도 5은 본 발명의 일 실시예에 따른 아라미드(aramide)의 해중합을 통해 수득한 단량체인 디메틸 이소프탈레이트(dimethyl isophthalate)의 ^{1}H-NMR spectrum 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 이하, 본 발명에 대해 상세하게 서술한다.

[0017] 본 발명자들은 본 발명의 붕소를 포함하는 촉매를 폴리아마이드의 해중합에 적용하는 경우 저렴한 비용으로 효율적인 공정으로 단량체인 카르복시산 및 에스터 유도체를 수득하여 부가가치를 창출할 수 있는 점을 발견하여,

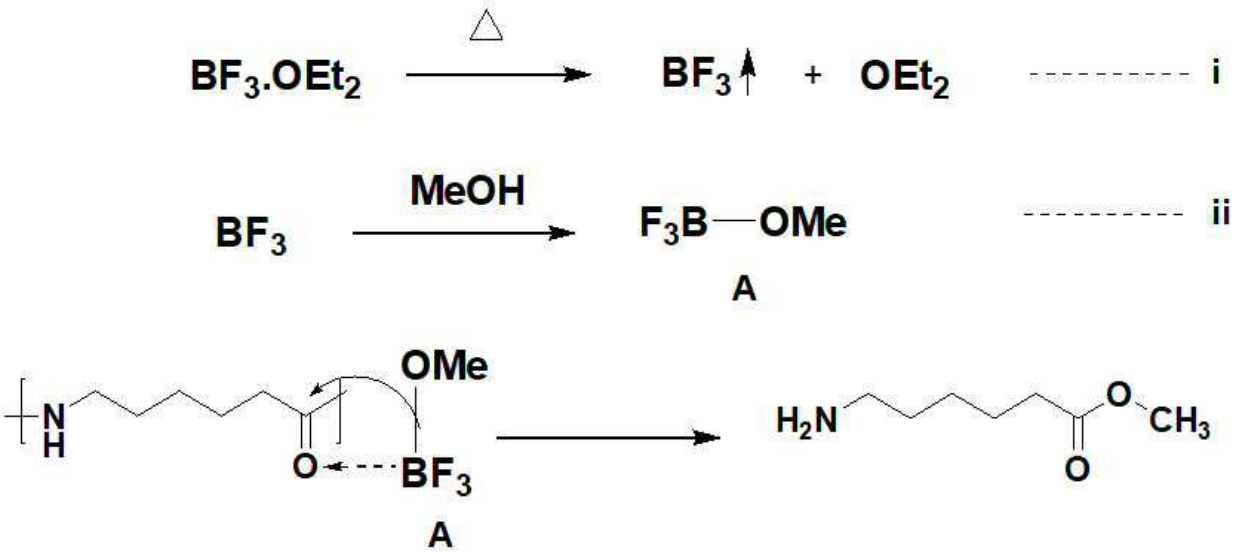
본 발명을 완성하였다.

[0019] 본 발명은 붕소를 포함하는 촉매가 첨가된 극성 용매와 아마이드 작용기를 포함하는 고분자를 교반하여 해중합 반응을 진행하는 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법을 제공한다.

[0020] 상기 붕소를 포함하는 촉매는 삼불화붕소디에틸에테르(BF_3OEt_2), 삼불화붕소디메틸에테르(BF_3OMe_2), 붕산(boric acid), 붕사(borax), 트리에틸 붕산염 (Triethyl borate), 삼불화붕소(trifluoroboron) 및 소듐테트라메톡시보레이트(sodiumtetramethoxy borate) 중에서 선택된 하나 이상인 것을 특징으로 하는 것일 수 있다.

[0021] 구체적으로, 상기 촉매를 이용한 고분자의 해중합 방법에 있어서, 촉매인 삼불화붕소디에틸에테르(BF_3OEt_2)의 작용 메커니즘은 반응식 1과 같이 나타낼 수 있다.

[0022] [반응식 1]



[0023]

[0025] 상기 반응식 1을 참조하면, 삼불화붕소디에틸에테르(BF_3OEt_2)는 온도에 민감하고 140 ℃에서 분해되어 발생기(nascent) BF_3를 형성할 수 있는데, 이는 후에 메탄올이 배위하여 F_3B-OMe가 될 수 있으며, 아마이드에 있는 카보닐 그룹은 루이스 산인 BF_3가 쉽게 배위할 수 있고, 메톡시기(OMe)가 에스터를 생성하기 위해 카보닐 탄소로 이동하기 때문일 수 있다.

[0026] 이 때, 상기 아마이드 작용기를 포함하는 고분자는 나일론-6 또는 아라미드(aramide)인 것을 특징으로 하는 것일 수 있다.

[0027] 상기 극성 용매는 물, 메탄올, 에탄올, 프로판올, 벤질알코올, 톨루엔, 자일렌, 아세톤, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 아세토니트릴, 프로피오니트릴, 아미노프로피오니트릴, 메틸아미노프로피오니트릴, 이미노디프로피오니트릴, 부틸로니트릴, 메틸부텐니트릴, 부타넨니트릴, 메틸에틸에테르, 디에틸에테르, 메틸페닐에테르, 에틸페닐에테르, 디메톡시벤젠, 트리메톡시벤젠, 메톡시페놀, 테트라하이드로퓨란, 메틸테트라하이드로퓨란, 다이옥산, 클로로메탄, 디클로로메탄, 클로로포름, 클로로벤젠 및 디클로로벤젠 중에서 선택된 하나 이상인 것을 특징으로 하는, 아마이드 작용기를 포함하는 것일 수 있다.

[0028] 상기 교반 온도는 80~300 ℃인 것을 특징으로 하는 것일 수 있다.

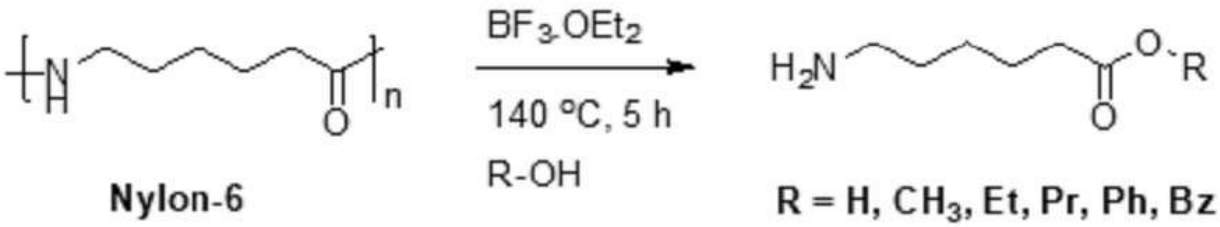
[0029] 붕소를 포함하는 촉매, 극성 용매 및 아마이드 작용기를 포함하는 고분자가 반응한 혼합물에 염기나 물을 첨가하여 반응을 종료시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 것일 수 있다.

[0030] 이 때, 상기 염기는 탄산수소나트륨($NaHCO_3$), 탄산나트륨(Na_2CO_3) 및 산화알루미늄(Al_2O_3) 중에서 선택된 하나 이상인 것을 특징으로 하는 것일 수 있다.

[0031] 또한, 본 발명은 상기 아마이드 작용기를 포함하는 고분자의 해중합 방법에 의하여 수득된 단량체를 제공한다.

[0032] 구체적으로, 상기 고분자의 해중합 방법에 있어서, 나일론-6의 해중합은 도 1 및 하기 반응식 2와 같이 나타낼 수 있다.

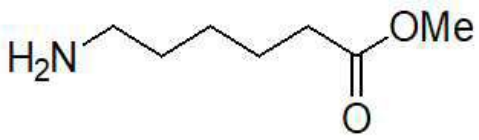
[0033] [반응식 2]



[0034]

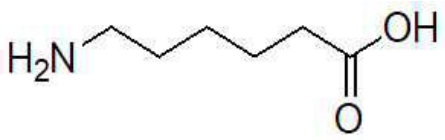
[0035] 상기 반응식 2에서, 나일론-6을 해중합한 후 수득할 수 있는 단량체는 R 작용기의 종류에 따라, 하기 화학식 1 내지 3으로 나타낼 수 있다.

[0036] [화학식 1]



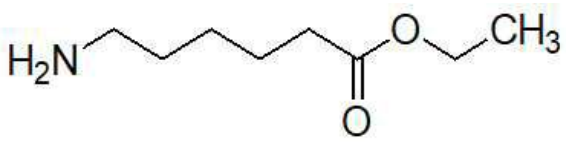
[0037]

[0038] [화학식 2]



[0039]

[0040] [화학식 3]

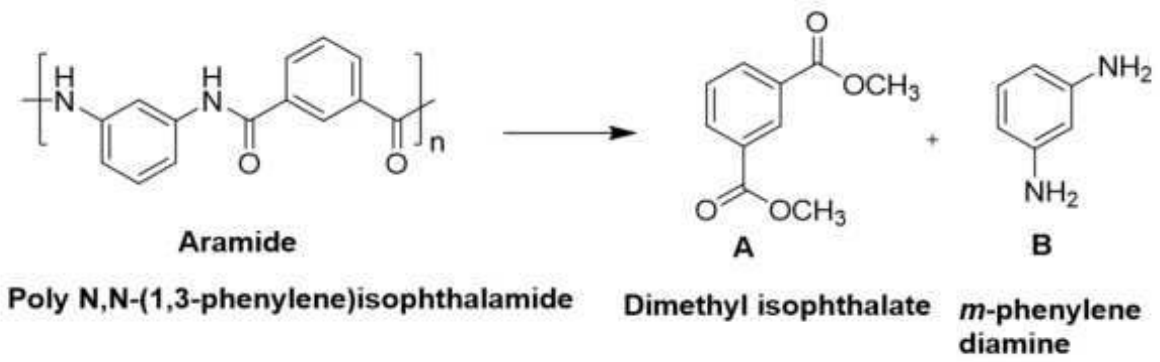


[0041]

[0042] 특히, 상기 화학식 2에 해당하는 화합물인 메틸 6-아미노헥사노에이트(methyl 6-aminohexanoate)의 IR spectrum을 도 2에 나타내었고, ^{1}H-NMR spectrum을 도 3에 나타내었다.

[0043] 한편, 상기 고분자의 해중합 방법에 있어서, 아라미드(aramide)의 해중합은하기 반응식 3과 같이 나타낼 수 있다.

[0044] [반응식 3]



[0045]

[0046] 상기 반응식 3에서, 아라미드(aramide)를 해중합한 후 수득할 수 있는 단량체인 화합물 A는 디메틸 이소프탈레이트(dimethyl isophthalate)이고, 상기 화합물 A의 TLC를 도 4에 나타내었고, 화합물 A의 ^{1}H-NMR spectrum을 도 5에 나타내었다.

[0047] 따라서, 상기 단량체는 카르복시산(carboxylic acid), 메틸 6-아미노헥사노에이트(methyl 6-aminohexanoate) 및 디메틸 이소프탈레이트(dimethyl isophthalate) 중에서 선택된 하나 이상인 것일 수 있다.

[0049] 이하에서는 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명하고자 한다. 이들 실시예는 오로지 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로, 본 발명의 요지에 따라 본 발명의 범위가 이들 실시예에 의해 제한되지 않는다는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진 자에 있어서 자명할 것이다.

[0051] **<실시예> 붕소를 포함하는 촉매를 이용한 폴리아마이드 해중합 방법**

[0052] 0.2g의 폴리머(폴리아마이드 또는 아라미드)와 당량의 BF_3OEt_2를 테플론 코팅된 마그네틱 바와 함께 테플론 코팅된 오토클레이브에 넣는다. 10mL의 용매(알코올)를 테플론 코팅된 오토클레이브에 넣는다(이때, 공용매를 사용할 경우 두 용매의 합이 10mL가 되게 혼합한다). 테플론 코팅된 오토클레이브에 넣고 완전히 봉한다. 미리 80-300℃로 승온된 오일 배쓰에 넣고 교반하며 반응시킨다. 지정한 시간이 지난 후 흐르는 수돗물에 10분 이상 냉각하여 실온까지 식힌다. 얻어진 반응 용액을 회전 농축기를 이용하여 용매를 모두 제거하여 고체를 얻는다. 20mL의 메탄올과 당량의 염기($NaHCO_3$ 100mg 또는 Na_2CO_3 100mg)를 넣어 반응을 종결한다. 종이필터 위에 산화 알루미늄(aluminum oxide) 0.2g를 넣고 여과한다. 여과된 용액을 회전 농축기를 이용하여 용매를 제거하여 고체 수득물을 얻는다.

[0053]

[0054] **<실험예 1> 나일론-6의 분해**

[0055] [a] 반응 조건: 나일론-6 펠렛 (200 mg; 1.55 mmol), 촉매 (0.25-1 mL or 0.1 g), 용매 (4.5-10 mL), 140 °C, 2-5 h; [b] 변환은 회수된 나일론-6을 기반으로 함; [c] 추출된 수득물; [d] 수득물은 FTIR, ^{1}H-NMR 및 GC-MS에 의해 특성 분석됨; [e] 나일론-6은 반응하지 않고, 파우더 형태로 변환되고, IR spectrum에 의해 확인됨; [f] 산/염기 추출 하에서 수득물의 추출이 어렵다; [g] 컬럼 크로마토그래피에 의한 정화; [h] 정화 및 특성에 관한 연구; [i] 연구된 반응; 나일론-6은 용융된 상태로 회복되었다.

표 1

[0056]

Entry	Catalyst (g or mL)	Solvent (mL)	Temp (°C)	Time (h)	Conv. (%) [b]	Yield (%) [c, d]
1	No catalyst	MeOH (10)	140	5	--	NR [e]
2	$BF_3.OEt_2$ (1 mL; 8.0 mmol)	MeOH (10)	140	5	100	-- [f]
3	$BF_3.OEt_2$ (0.5 mL)	MeOH (10)	140	5	100	80 [g]
4	$BF_3.OEt_2$ (0.25 mL; 2 mmol)	MeOH (10)	140	5	100	-- [h]
5	$BF_3.OEt_2$ (1 mL)	EtOH (10)	140	5	100	-- [h]
6	$BF_3.OEt_2$ (1 mL)	Dioxane + MeOH (5 + 5)	140	5	100	-- [h]
7	Borax/ $B(OH)_3$ / anhyd. Borax (0.1 g)	MeOH (10)	140	5	--	NR
8	No catalyst	Toluene + H_2O (45 + 4.5)	300	2	--	NR [i]

[0058] **<실험예 2> 나일론-6의 해중합**

[0059] [a] 반응 조건: 나일론-6 펠렛 (Aldrich) (200 mg), 촉매 (0.1-0.2 mL), 용매 (10 mL), 80-140 °C; [b] 변환은 회수된 나일론-6을 기반으로 함; [c] 추출된 수득물; [d] 수득물은 FTIR, ^{1}H-NMR 및 GC-MS에 의해 특성분석됨; [e] 나일론-6은 점도가 있는 상태로 반응기 바닥에 침전되어 회수되었다. 미량의 생성물을 수집하기 위해 메탄올을 첨가하고 여과 후 IR을 기록하였다. IR 데이터는 전형적인 에스터 피크를 1738 cm^{-1}에서 나타내었고, [f] 이러한 조건의 개선이 필요하였다.

표 2

[0060]

Entry	Catalyst (wt %)	Solvent (mL)	Temp (°C)	Time (h)	Conv. (%) [b]	Yield (%) [c, d]
1	$BF_3.OEt_2$ (0.25 mL)	MeOH	140	5	100	94
2	$BF_3.OEt_2$ (0.2 mL)	MeOH	140	5	100	95
3	$BF_3.OEt_2$ (0.2 mL)	Neat	140	5	15	10 [e]
4	$BF_3.OEt_2$ (0.2 mL)	MeOH	140	3	100	92
5	$BF_3.OEt_2$ (0.2 mL)	MeOH	80	5	17	15
6	$BF_3.OEt_2$ (0.2 mL)	MeOH	100	5	100	92 [f]
7	$BF_3.OEt_2$ (0.1 mL)	MeOH	140	5	96	90 [f]

[0062] **<실험예 3> 아라미드(aramide)의 해중합**

[0063] [a] 반응 조건: 아라미드 섬유 시트 (200 mg; 0.85 mmol), 촉매 (0.5 to 1 mL), 용매 (10 mL), 140 °C, 5 h; [b] 변환은 회수된 아라미드를 기반으로 함; [c] 추출된 수득물; [d] 수득물은 FTIR, ^{1}H-NMR 및 GC-MS에 의해 특성 분석됨; [e] 유일한 단량체인 A는 회수되었고, 충분하게 특성 분석됨; [f] 아민 수득물 B의 추출은 물에 대한 용해도가 높아 어려웠다.

표 3

[0064]

Entry	Catalyst (mL)	Solvent (mL)	Temp (°C)	Time (h)	Conv. (%)[b]	Yield of A (%)[c,d]
1	$BF_3.OEt_2$ (1 mL; 8 mmol)	MeOH (10)	140	5	100	45[e]
2	$BF_3.OEt_2$ (0.5)	MeOH (10)	140	5	25	15
3	$BF_3.OEt_2$ (1)	EtOH (10)	140	5	100	--[f]
4	$BF_3.OEt_2$ (1)	Dioxane + MeOH (5 + 5)	140	5	100	40
5	$B(OEt)_3$ (1)	MeOH (10)	140	5	--	NR

[0066] 이상으로 본 발명의 특정한 부분을 상세히 기술한 바, 당업계의 통상의 지식을 가진 자에게 있어서 이러한 구체적인 기술은 단지 바람직한 구현 예일 뿐이며, 이에 본 발명의 범위가 제한되는 것이 아닌 점은 명백하다. 따라서, 본 발명의 실질적인 범위는 첨부된 청구항과 그의 등가물에 의하여 정의된다고 할 것이다.

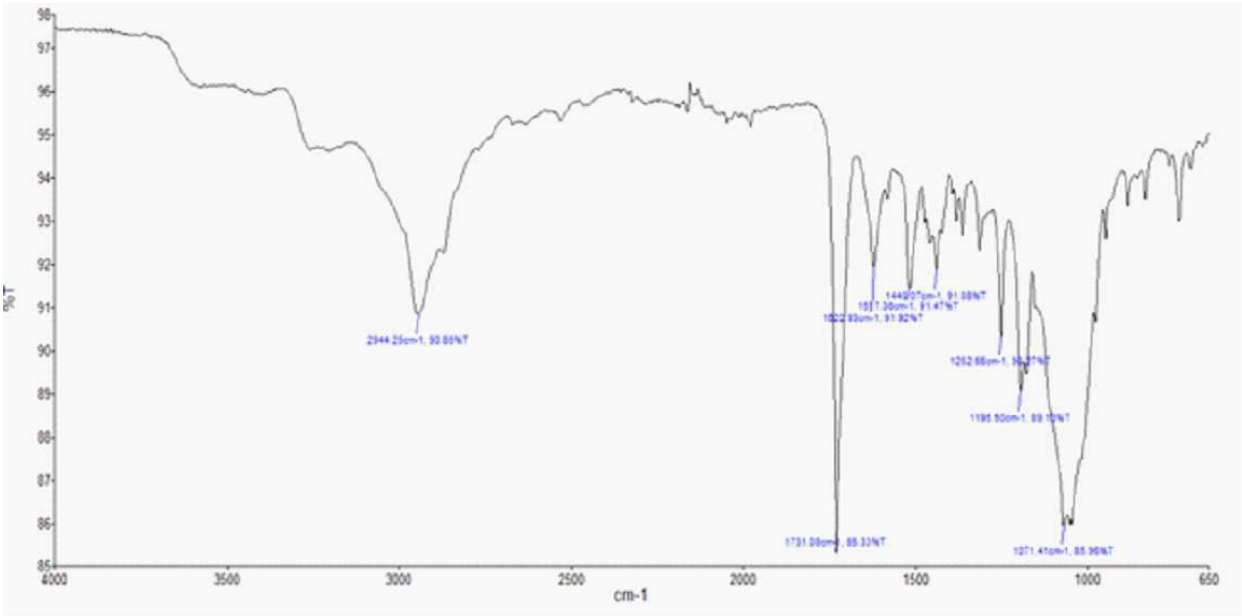
[0067] 본 발명의 범위는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

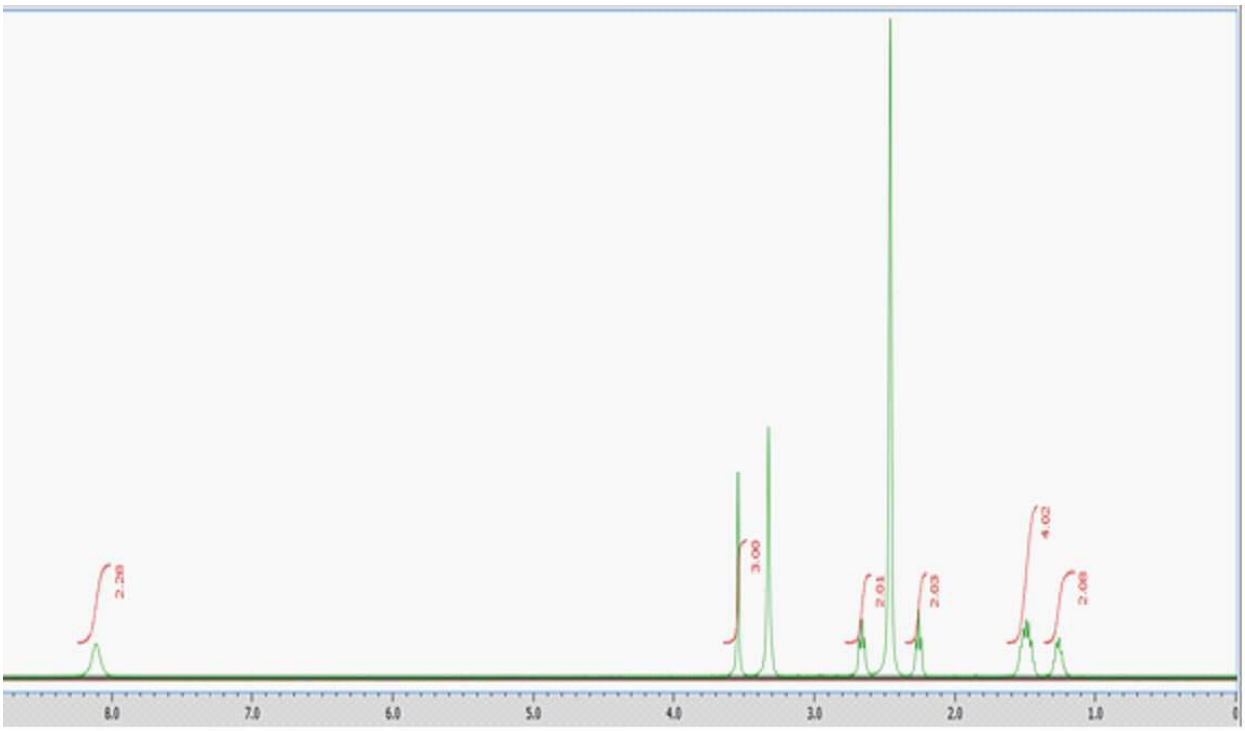
도면1


Starting material:
Nylon-6 pellets
Reaction mixture: After
completion (140 ℃, 5 h)
Product: After purification

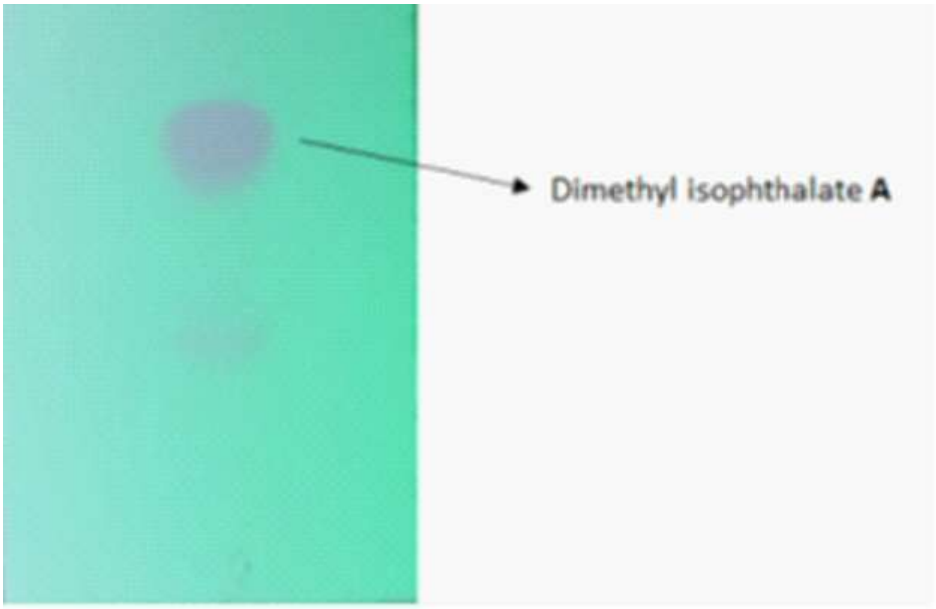
도면2


%T
cm-1
4000
3500
3000
2500
2000
1500
1000
650

도면3


2.29
3.00
2.01
2.03
4.02
2.08
8.0
7.0
6.0
5.0
4.0
3.0
2.0
1.0

도면4


Dimethyl isophthalate A

도면5

