



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0110849
(43) 공개일자 2023년07월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 11/24 (2006.01) C08J 11/16 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C08J 11/24 (2013.01)
C08J 11/16 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0006281
(22) 출원일자 2022년01월17일
심사청구일자 2022년01월17일

(71) 출원인
경상국립대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
케이피엑스케미칼 주식회사
서울특별시 마포구 마포대로 137 (공덕동)
(72) 발명자
오정석
경상남도 진주시 새평거로 25, 101동 604호(평거동, 더 퀸즈웰가)
진우석
경상남도 진주시 가좌길 66, 골든빌리지 208호(가좌동)
(74) 대리인
특허법인충현

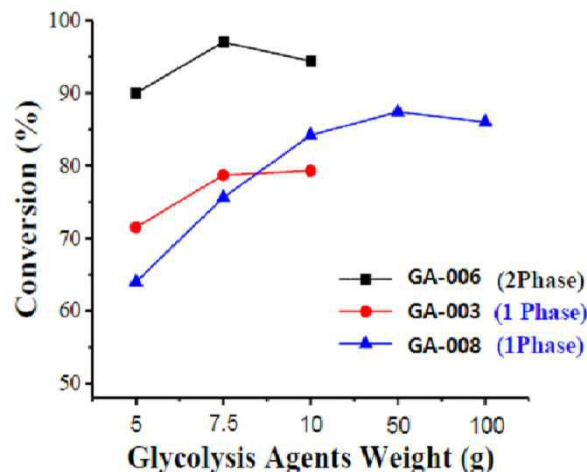
전체 청구항 수 : 총 22 항

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

(57) 요약

본 발명은 폐폴리우레탄을 글라이콜리시스(glycolysis) 반응시켜 폴리올을 재생시키고, 상기 글라이콜리시스 반응에서 해중합제(glycolysis agent)는 상기 폐폴리우레탄의 원료인 폴리올을 사용하는 단계;를 포함하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법에 관한 것이다. 이에 의하여 본 발명의 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법은 폴리우레탄 폼을 그의 최초 원료로 사용되는 장치의 폴리올을 글라이콜리시스 해중합제로 도입하여 글라이콜리시스(glycolysis) 방식으로 재활용함으로써 1 상(phase)의 생성물을 만들어 분리과정을 생략하여 공정 과정을 간소화하고, 종래 디에틸렌글라이콜이나 디프로필렌글리콜과 같은 폴리올 사용시 폼의 발생되는 물성 저하를 방지할 수 있으며, 폴리우레탄 폼으로 재활용시 연질의 폴리우레탄 폼으로 제조될 수 있다.

대표도 - 도14



(52) CPC특허분류

C08J 2375/04 (2013.01)

(72) 발명자

김규리

경상남도 진주시 진주대로500번길 10, 401(가좌동)

이상호

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

전천영

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

이찬수

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

명세서

청구범위

청구항 1

페폴리우레탄을 글라이콜리시스(glycolysis) 반응시켜 폴리올을 재생시키고, 상기 글라이콜리시스 반응에서 해중합제(glycolysis agent)는 폴리우레탄의 원료인 폴리올을 사용하는 단계;를 포함하는 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

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

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 해중합제로 사용되는 폴리올은 수산기값이 20 내지 350 mgKOH/g 인 것을 특징으로 하는 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 4

제2항에 있어서,

상기 해중합제로 사용되는 폴리올은 에틸렌옥사이드 함량이 10 내지 30%인 폴리에테르폴리올인 것을 특징으로 하는 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 재생 폴리올을 제조하는 방법은,

- (a) 페폴리우레탄을 분쇄하여 페폴리우레탄의 분쇄물을 준비하는 단계;
- (b) 반응기에 해중합제인 폴리우레탄의 원료인 폴리올을 반응기에 투입한 후 글라이콜리시스 촉매를 첨가하는 단계;
- (c) 상기 페폴리우레탄의 분쇄물을 상기 반응기에 투입하여 글라이콜리시스 반응시키는 단계; 및
- (d) 상기 글라이콜리시스 반응 후 잔여하는 부산물 및 촉매를 제거하고 재생 폴리올을 수득하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

단계 (a)에서, 상기 페폴리우레탄은 페폴리우레탄 폼인 것을 특징으로 하는 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 7

제5항에 있어서,

단계 (a)에서, 상기 페폴리우레탄의 분쇄물은 평균직경이 0.1 내지 1 mm 인 것을 특징으로 하는 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 8

제5항에 있어서,

단계 (b)에서, 상기 글라이콜리시스 촉매 첨가 전에 온도를 180 내지 250℃로 상승시키는 것을 특징으로 하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 9

제5항에 있어서,

단계 (b)에서, 상기 글라이콜리시스 촉매는 수산화칼륨(KOH) 및 수산화나트륨(NaOH) 중에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 10

제5항에 있어서,

단계 (b)에서, 상기 해중합제인 폴리우레탄의 원료인 폴리올은 단계 (c)에서 투입되는 상기 폐폴리우레탄 100중량부에 대하여 100 내지 2000 중량부로 투입되는 것을 특징으로 하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 11

제5항에 있어서,

단계 (b)에서, 상기 촉매는 상기 폐폴리우레탄 100중량부에 대하여, 0.5 내지 5중량부로 첨가되는 것을 특징으로 하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 12

제5항에 있어서,

단계 (c)에서, 상기 글라이콜리시스 반응은 180 내지 250℃에서 수행되는 것을 특징으로 하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 13

제5항에 있어서,

단계 (c)에서, 상기 글라이콜리시스 반응은 1 내지 8시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 14

제5항에 있어서,

단계 (c)에서, 생성된 재생 폴리올은 1 상(phase)으로 수득되는 것을 특징으로 하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 15

제5항에 있어서,

단계 (c) 이후, 해중합제인 폴리우레탄 원료인 폴리올을 추가로 투입하여 반응시키는 단계를 추가로 수행하는 것을 특징으로 하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 16

제15항에 있어서,

단계 (b)에서 투입된 상기 해중합제는 중량평균분자량(Mw)이 200 내지 1,000 g/mol인 폴리올이고, 단계 (c) 이후 투입된 상기 해중합제는 중량평균분자량(Mw)이 3,000 내지 10,000 g/mol인 폴리올인 것을 특징으로 하는 폐

폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법.

청구항 17

제1항 내지 제16항 중에서 선택된 어느 한 항의 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법을 포함하는 재생 폴리우레탄 폼의 제조방법.

청구항 18

제17항에 있어서,

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

청구항 19

제1항 내지 제16항 중에서 선택된 어느 한 항의 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법에 따라 제조된 재생 폴리올.

청구항 20

제19항의 재생 폴리올을 원료로 포함하는 재생 폴리우레탄 폼.

청구항 21

제20항에 있어서,

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

청구항 22

제21항에 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 포함하는 재생 폴리우레탄의 제조방법에 관한 것으로 더욱 상세하게는 글라이콜리시스 반응을 이용한 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올의 제조방법 및 이를 포함하는 재생 폴리우레탄의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 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 열 경화성 고분자로서 물질 재활용, 에너지 재활용, 화학적 재활용의 3가지 방법에 따라 재활용이 이루어지고 있다.

[0003] 물질 재활용은 폐폴리우레탄을 파쇄하여 그대로 사용하거나 반죽하여 여러 제품을 원료로 다시 사용하는 방법이고, 에너지 재활용은 폐폴리우레탄을 소각하여 열병합 발전 등에 이용하는 것이며, 화학적 재활용은 해중합(depolymerization)하여 폴리우레탄을 그 원료인 폴리올로 환원시키는 기술을 의미한다.

[0004] 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, 디프로펜글라이콜 등을 사용하여 글라이콜리시스를 진행한 이후 우레탄 폼을 발포하는 방식으로 경질 우레탄폼 제조만이 가능하고 짧은 체인에 의하여 물성이 저하되는 문제점이 있었다.

[0005] 따라서 공정이 간단한 글라이콜리시스에 의한 폐폴리우레탄의 재활용 방법을 사용하면서도 재생 폴리올의 체인

을 길게 형성함으로써 물성 저하를 방지하고 연질 폴리우레탄 폼의 제조를 할 수 있는 방법의 연구가 필요한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0006] (특허문헌 0001) 한국등록특허 제10-1205858호
(특허문헌 0002) 한국공개특허 제10-2012-0014726호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0007] 본 발명의 목적은 폴리우레탄 폼을 폴리우레탄 폼의 원료로 사용되는 장치의 폴리올을 글라이콜리시스 해중합제로 도입하여 글라이콜리시스(glycolysis) 방식으로 재활용함으로써 1 상(phase)의 생성물을 만들어 분리과정을 생략하여 공정 과정을 간소화하고, 종래 디에틸렌글라이콜이나 디프로필렌글리콜과 같은 폴리올 사용시 폼의 발생되는 물성 저하를 방지할 수 있는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법을 제공하는 데 있다.
- [0008] 또한, 본 발명의 다른 목적은 폴리우레탄 폼의 원료로 사용되는 장치의 폴리올을 글라이콜리시스 해중합제로 도입하여 글라이콜리시스(glycolysis) 방식으로 제조된 재생 폴리올을 재료로 사용함으로써 연질 폴리우레탄 폼을 제조하여 쿠션, 자동차 시트 등의 소재로 활용할 수 있는 폴리우레탄 폼의 제조방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

- [0009] 본 발명의 일 측면에 따르면,
- [0010] 폐폴리우레탄을 글라이콜리시스(glycolysis) 반응시켜 폴리올을 재생시키고, 상기 글라이콜리시스 반응에서 해중합제(glycolysis agent)는 폴리우레탄의 원료인 폴리올을 사용하는 단계;를 포함하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법이 제공된다.
- [0011] 상기 해중합제로 사용되는 폴리올은 중량평균분자량(Mw)이 200 내지 10,000 g/mol인 폴리에스테르 폴리올 및/또는 폴리에테르 폴리올일 수 있다.
- [0012] 상기 해중합제로 사용되는 폴리올은 수산기값이 20 내지 350 mgKOH/g 일 수 있다.
- [0013] 상기 해중합제로 사용되는 폴리올은 에틸렌옥사이드 함량이 10 내지 30%인 폴리에테르폴리올 일 수 있다.
- [0014] 상기 재생 폴리올을 제조하는 방법은,
- [0015] (a) 폐폴리우레탄을 분쇄하여 폐폴리우레탄의 분쇄물을 준비하는 단계;
- [0016] (b) 반응기에 폴리우레탄의 원료인 폴리올을 반응기에 투입한 후 글라이콜리시스 촉매를 첨가하는 단계;
- [0017] (c) 상기 폐폴리우레탄의 분쇄물을 상기 반응기에 투입하여 글라이콜리시스 반응시키는 단계; 및
- [0018] (d) 상기 글라이콜리시스 반응 후 잔여하는 부산물 및 촉매를 제거하고 재생 폴리올을 수득하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법이 제공된다.
- [0019] 단계 (a)에서, 상기 폐폴리우레탄은 폐폴리우레탄 폼일 수 있다.
- [0020] 단계 (a)에서, 상기 폐폴리우레탄의 분쇄물은 평균직경이 0.1 내지 1 mm 일 수 있다.
- [0021] 단계 (b)에서, 상기 글라이콜리시스 촉매 첨가 전에 온도를 180 내지 250℃로 상승시킬 수 있다.
- [0022] 단계 (b)에서, 상기 글라이콜리시스 촉매는 수산화칼륨(KOH) 및 수산화나트륨(NaOH) 중에서 선택된 어느 하나일 수 있다.
- [0023] 단계 (b)에서, 상기 폴리우레탄의 원료인 폴리올은 단계 (c)에서 투입되는 상기 폐폴리우레탄 100중량부에 대하여 100 내지 2000 중량부로 투입될 수 있다.

- [0024] 단계 (b)에서, 상기 촉매는 상기 페폴리우레탄 100중량부에 대하여, 0.5 내지 5중량부로 첨가될 수 있다.
- [0025] 단계 (c)에서, 상기 글라이콜리시스 반응은 180 내지 250℃에서 수행될 수 있다.
- [0026] 단계 (c)에서, 상기 글라이콜리시스 반응은 1 내지 8시간 동안 수행될 수 있다.
- [0027] 단계 (c)에서 생성된 재생 폴리올은 1 상(phase)으로 수득될 수 있다.
- [0028] 단계 (c) 이후, 해중합제인 폴리우레탄 원료인 폴리올을 추가로 투입하여 반응시키는 단계를 추가로 수행할 수 있다.
- [0029] 단계 (b)에서 투입된 상기 해중합제는 중량평균분자량(Mw)이 200 내지 1,000 g/mol인 폴리올이고, 단계 (c) 이후 투입된 상기 해중합제는 중량평균분자량(Mw)이 3,000 내지 10,000 g/mol인 폴리올일 수 있다.
- [0030] 본 발명의 다른 하나의 측면에 따르면,
- [0031] 상기 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법을 포함하는 재생 폴리우레탄 폼의 제조방법이 제공된다.
- [0032] 상기 재생 폴리올은 새로운 폴리올 원료를 혼합하여 사용할 수 있다.
- [0033] 본 발명의 다른 또 하나의 측면에 따르면,
- [0034] 상기 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법에 따라 제조된 재생 폴리올이 제공된다.
- [0035] 본 발명의 다른 또 하나의 측면에 따르면,
- [0036] 상기 재생 폴리올을 원료로 포함하는 재생 폴리우레탄 폼이 제공된다.
- [0037] 상기 재생 폴리우레탄 폼은 연질 폴리우레탄 폼일 수 있다.
- [0038] 상기 재생 폴리우레탄 폼은 자동차 시트, 자동차 도어트림, 자동차 범퍼, 카펫, 및 포장재 중에서 선택된 어느 하나의 산업 부품용 일 수 있다.

발명의 효과

- [0039] 본 발명의 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법은 폴리우레탄 폼을 그의 최초 원료로 사용되는 장치의 폴리올을 글라이콜리시스 해중합제로 도입하여 글라이콜리시스(glycolysis) 방식으로 재활용함으로써 1 상(phase)의 생성물을 만들어 분리과정을 생략하여 공정 과정을 간소화하고, 종래 디에틸렌글라이콜이나 디프로필렌글리콜과 같은 폴리올을 사용시 폼의 발생되는 물성 저하를 방지할 수 있다.
- [0040] 또한, 본 발명의 폴리우레탄 폼의 제조방법은 폴리우레탄 폼의 원료로 사용되는 장치의 폴리올을 글라이콜리시스 해중합제로 도입하여 글라이콜리시스(glycolysis) 방식으로 제조된 재생 폴리올을 재료로 사용함으로써 연질 폴리우레탄 폼을 제조하여 쿠션, 자동차 시트 등의 소재로 활용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0041] 도 1은 실험예 1에 따른 생성물의 사진이다.
- 도 2는 실험예 1의 촉매 KOH 함량에 따른 전환율 변화 그래프이다.
- 도 3은 실험예 2에 따른 생성물의 사진이다.
- 도 4는 실험예 2의 촉매 KOH 함량에 따른 전환율 변화 그래프이다.
- 도 5는 실험예 3에 따른 생성물의 사진이다.
- 도 6은 실험예 3의 촉매 KOH 함량에 따른 전환율 변화 그래프이다.
- 도 7 및 도 8은 실험예 1 내지 3의 결과를 종합하여 해중합제 GA-006 함량과 촉매 KOH 함량 변화에 따른 전환율 변화 그래프이다.
- 도 9는 실험예 4에 따른 생성물 사진이다
- 도 10은 실험예 4의 반응시간에 따른 전환율 변화 그래프이다.

- 도 11은 실험예 5에 따른 생성물 사진이다.
- 도 12는 실험예 5의 해중합제 함량에 따른 전환율 변화 그래프이다.
- 도 13은 실험예 6에 따른 생성물 사진이다.
- 도 14는 실험예 5의 해중합제 종류 및 함량에 따른 전환율 변화 그래프이다.
- 도 15는 실험예 7에 따른 생성물 사진이다.
- 도 16은 실험예 7의 반응시간에 따른 전환율 변화 그래프이다.
- 도 17은 실험예 8에 따른 생성물 사진이다.
- 도 18은 실험예 8의 반응온도에 따른 전환율 변화 그래프이다.
- 도 19는 실험예 9에 따른 생성물 사진이다.
- 도 20은 실험예 9에 따른 해중합제 조성에 따른 전환율 변화 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0042] 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.
- [0043] 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.
- [0045] 이하 본 발명의 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법에 대해 설명하도록 한다.
- [0046] 본 발명의 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법은 폐폴리우레탄을 글라이콜리시스(glycolysis) 반응시켜 폴리올을 재생시키고, 상기 글라이콜리시스 반응에서 해중합제(glycolysis agent)는 상기 폐폴리우레탄의 원료인 폴리올을 사용하는 단계;를 포함한다.
- [0047] 상기 해중합제로 사용되는 폴리올은 폴리우레탄의 제조시 원료로 사용될 수 있는 폴리올일 수 있다.
- [0048] 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.
- [0049] 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.
- [0050] 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.
- [0051] 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 분리과정을 생략하고 공정 과정을 간소화할 수 있다.
- [0052] 구체적으로, 본 발명의 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법은 하기 순서에 따라 수행하는 것이 바람직하다.
- [0053] 먼저, 폐폴리우레탄을 분쇄하여 폐폴리우레탄의 분쇄물을 준비한다(단계 a).

- [0054] 상기 페폴리우레탄은 페폴리우레탄 품인 것이 바람직하다.
- [0055] 상기 페폴리우레탄의 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. 상기 분쇄물의 직경이 상기 적정 범위에서 이후 글라이콜리시스 반응이 원활하기 이루어질 수 있으며, 분쇄물의 크기가 큰 경우 클라이콜리시스 반응이 원활하기 이루어지지 않을 수 있다.
- [0056] 다음으로, 반응기에 폴리우레탄의 원료인 폴리올을 반응기에 투입한 후 글라이콜리시스 촉매를 첨가한다(단계 b).
- [0057] 상기 글라이콜리시스 촉매 첨가 전에 온도를 180 내지 250℃로 상승시키는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 190 내지 240℃로 상승시킬 수 있다. 이와 같이 반응기 온도를 상승시킴으로써 이후 글라이콜리시스 반응에 요구되는 온도 조건을 조성할 수 있다.
- [0058] 상기 글라이콜리시스 촉매는 수산화칼륨(KOH), 수산화나트륨(NaOH) 등을 사용하는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 수산화칼륨(KOH)을 사용할 수 있다.
- [0059] 상기 폴리우레탄 원료인 폴리올은 재생에 사용되는 페폴리우레탄의 원료인 폴리올이거나 또는 다른 폴리우레탄 제조에 사용되는 원료인 폴리올일 수 있다.
- [0060] 상기 폴리우레탄의 원료인 폴리올은 이후 단계에서 투입되는 페폴리우레탄 100중량부에 대하여 100 내지 2000 중량부로 투입되는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 120 내지 1000중량부로 투입될 수 있다. 폴리올의 투입량은 폴리올의 종류에 따라서 전환율을 고려하여 적절히 조절할 수 있다.
- [0061] 상기 촉매는 상기 페폴리우레탄 100중량부에 대하여, 0.5 내지 5중량부로 첨가하는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 1 내지 4중량부로 첨가할 수 있다. 첨가량은 사용되는 해중합제 폴리올의 종류에 따라 재생 폴리올로의 전환율을 고려하여 가장 효율적인 함량을 결정할 수 있다.
- [0062] 이후, 상기 페폴리우레탄의 분쇄물을 상기 반응기에 투입하여 글라이콜리시스 반응을 수행한다(단계 c).
- [0063] 상기 글라이콜리시스 반응은 180 내지 250℃에서 수행되는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 190 내지 240℃에서 수행될 수 있다. 이와 같은 온도 범위 내에서 재생 폴리올로의 전환율이 높고, 공정상 에너지 효율도 높일 수 있다.
- [0064] 상기 글라이콜리시스 반응은 1 내지 8시간 동안 수행되는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 1.5 내지 3시간, 더욱 더 바람직하게는 2 내지 2.5시간 동안 수행될 수 있다. 상기 반응시간 범위에서 재생 폴리올로의 전환율을 극대화시킬 수 있다.
- [0065] 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.
- [0066] 필요한 경우, 상기 글라이콜리시스 반응을 1차로 수행 후 새로운 해중합제인 폴리우레탄 원료인 폴리올을 추가로 투입하여 반응시키는 단계를 추가로 수행할 수 있다.
- [0067] 이때, 단계 (b)에서 최초로 투입된 1차 해중합제는 중량평균분자량(M_w)이 200 내지 1,000 g/mol 인 것이 바람직하고, 단계 (c) 이후 추가로 투입된 2차 해중합제는 중량평균분자량(M_w)이 3,000 내지 10,000 g/mol 인 폴리올인 것이 바람직하다. 더욱 바람직하게는 상기 1차 해중합제는 중량평균분자량(M_w)이 500 내지 700 g/mol 일 수 있고, 상기 2차 해중합제는 중량평균분자량(M_w)이 5,000 내지 7,000 g/mol 일 수 있다. 이와 같은 범위 내에서 재생 폴리올의 전환율을 향상시킬 수 있다. 다시 말해, 1차 해중합제는 저분자량 폴리올을 사용하고 2차 해중합제는 상대적으로 고분자량 폴리올을 사용하는 것이 바람직하다. 왜냐하면, 해중합제를 1종만 사용하는 경우 저분자량의 폴리올을 사용하는 경우 재생 폴리올이 2 상(phase)으로 수득될 수 있고, 고분자량의 폴리올을 사용하는 경우에는 재생 폴리올이 1 상(phase)으로 수득될 수 있기 때문이다. 따라서 저분자량의 해중합제를 1차로 투입하여 재생 폴리올의 전환율을 높이고 이후 고분자량의 해중합제를 2차로 투입함으로써 재생 폴리올의 전환율을 높이는 동시에 1상의 생성물을 수득하여 추가 공정을 생략할 수 있다.
- [0068] 본 발명은 상기 페폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법을 포함하는 폴리우레탄 품의 제조방법을 제공한다.
- [0069] 폴리우레탄 품의 제조방법은 공지된 종래 기술에 따라 가능하며, 상기 재생 폴리올과 새로운 폴리올 원료와 혼

합하여 사용하는 것이 바람직하다.

[0070] 또한 통상적으로 폴리우레탄 폼 제조에 사용되는 이소시아네이트, 계면활성제, 촉매 및 발포제를 사용하여 폴리우레탄 폼을 제조할 수 있다.

[0071] 본 발명에서 재생된 폴리올은 종래 기술에 따른 재생 폴리올과 달리 장쇄의 폴리올이므로 이를 통해 제조된 폴리우레탄 폼은 연질 폴리우레탄 폼의 제조가 가능하다.

[0073] 또한, 본 발명은 상기 폐폴리우레탄으로부터 재생 폴리올을 제조하는 방법에 따라 제조된 재생 폴리올을 제공한다.

[0075] 또한, 본 발명은 상기 재생 폴리올을 포함하는 재생 폴리우레탄 폼을 제공한다.

[0076] 상기 재생 폴리우레탄 폼은 연질 폴리우레탄 폼일 수 있다.

[0077] 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.

[0079] 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.

[0081] [실시예]

[0082] 실시예 1-1

[0083] 하기 표 1에 기재된 제조 레시피에 따라 제조된 폴리우레탄 폼을 준비하였다.

표 1

구 분	Material	용도
Polyol Premix	KE-810	Main Polyol
	KE-737	Copolymer Polyol
	FA-103	Cell Opener
	L-3002	Silicone 정포제
	L-5309	Silicone 정포제
	ETF	Blowing Catalyst
	Dabco 33LV	Gelling Catalyst
	1,4-Butylene Glycol	Chain Extender
	Diethanolamine	Crosslinking Agent
	Water	Blowing Agent
Isocyanate		NCO 35.0 ~ 36.0 %

[0085] 상기 폴리우레탄 폼을 분쇄기를 통하여 직경이 평균 175 μm 크기를 갖는 폴리우레탄 폼의 분쇄물을 준비하였다. 한편, 환류기, 기계식 교반기 및 온도조절기가 설치된 4구 플라스크를 장치하고, 상기 플라스크에 폴리에테르 폴리올인 해중합제(glycolysis agent) GA-006(Mw=600, 폴리올 에틸렌옥사이드 20%, 수산기값 280 mgKOH/g)을 10g을 넣고 가열한 후 온도가 195℃에 도달하면 촉매인 수산화칼륨(KOH) 0.2g(폐폴리우레탄 폼 중량 대비 4 %)을 넣고, 준비된 폴리우레탄 폼 분쇄물 5g을 천천히 투입하며 기계식 교반기로 교반하며 2시간 동안 반응시킨 다음 반응을 종결시키고 온도를 낮춘 후 필터링하여 재생 폴리올을 수득하였다.

[0087] 실시예 1-2

[0088] 촉매 수산화칼륨(KOH)를 0.2g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 4 %) 대신에 0.15g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 3 %) 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0090] **실시예 1-3**

[0091] 촉매 수산화칼륨(KOH)를 0.2g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 4 %) 대신에 0.1g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 2 %) 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0093] **실시예 1-4**

[0094] 촉매 수산화칼륨(KOH)를 0.2g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 4 %) 대신에 0.05g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 1 %) 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0096] **실시예 2-1**

[0097] 해중합제(glycolysis agent) GA-006을 10g 대신에 7.5g 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0099] **실시예 2-2**

[0100] 해중합제(glycolysis agent) GA-006을 10g 대신에 7.5g 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-2와 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0102] **실시예 2-3**

[0103] 해중합제(glycolysis agent) GA-006을 10g 대신에 7.5g 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-3과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0105] **실시예 2-4**

[0106] 해중합제(glycolysis agent) GA-006을 10g 대신에 7.5g 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-4와 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0108] **실시예 2-5**

[0109] 반응시간을 2시간 대신에 1시간으로 설정한 것을 제외하고는 실시예 2-4와 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0111] **실시예 2-6**

[0112] 반응시간을 2시간 대신에 3시간으로 설정한 것을 제외하고는 실시예 2-4와 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0114] **실시예 2-7**

[0115] 반응시간을 2시간 대신에 4시간으로 설정한 것을 제외하고는 실시예 2-4와 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

- [0117] **실시예 3-1**
- [0118] 해중합제(glycolysis agent) GA-006을 10g 대신에 5g 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0120] **실시예 3-2**
- [0121] 해중합제(glycolysis agent) GA-006을 10g 대신에 5g 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-2와 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0123] **실시예 3-3**
- [0124] 해중합제(glycolysis agent) GA-006을 10g 대신에 5g 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-3과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0126] **실시예 3-4**
- [0127] 해중합제(glycolysis agent) GA-006을 10g 대신에 5g 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-4와 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0129] **실시예 4-1**
- [0130] 해중합제(glycolysis agent) GA-006을 10g, 촉매 수산화칼륨(KOH) 0.2g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 4 %) 사용하는 것 대신에, GA-003(Mw=3000)을 5g, 촉매 수산화칼륨(KOH) 0.05g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 1 %) 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0132] **실시예 4-2**
- [0133] 해중합제(glycolysis agent) GA-003을 5g 대신에 7.5g 사용한 것을 제외하고는 실시예 4-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0135] **실시예 4-3**
- [0136] 해중합제(glycolysis agent) GA-003을 5g 대신에 10g 사용한 것을 제외하고는 실시예 4-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0138] **실시예 5-1**
- [0139] 해중합제(glycolysis agent) GA-006을 10g, 촉매 수산화칼륨(KOH) 0.2g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 4 %) 사용하는 것 대신에, GA-008(Mw=6,000, 폴리올 내 에틸렌옥사이드 함량 15%, 수산기값 28 mgKOH/g)을 5g, 촉매 수산화칼륨(KOH) 0.05g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 1 %) 사용한 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0141] **실시예 5-2**
- [0142] 해중합제(glycolysis agent) GA-008을 5g 대신에 7.5g 사용한 것을 제외하고는 실시예 5-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

- [0144] 실시예 5-3
- [0145] 해중합제(glycolysis agent) GA-008을 5g 대신에 10g 사용한 것을 제외하고는 실시예 5-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0147] 실시예 5-4
- [0148] 해중합제(glycolysis agent) GA-008을 5g 대신에 50g 사용한 것을 제외하고는 실시예 5-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0150] 실시예 5-5
- [0151] 해중합제(glycolysis agent) GA-008을 5g 대신에 100g 사용한 것을 제외하고는 실시예 5-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0153] 실시예 5-6
- [0154] 반응시간을 2시간 대신에 4시간으로 설정한 것을 제외하고는 실시예 5-4와 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0156] 실시예 5-7
- [0157] 반응시간을 2시간 대신에 8시간으로 설정한 것을 제외하고는 실시예 5-4와 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0159] 실시예 5-8
- [0160] 반응온도를 195℃ 대신에 240℃로 설정한 것을 제외하고는 실시예 5-4와 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0162] 실시예 6-1
- [0163] 해중합제 GA-006 10g, 촉매 수산화칼륨(KOH) 0.2g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 4 %) 사용하는 것 대신에, GA-006 15g, 수산화칼륨(KOH) 0.15g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 1 %)을 사용하여 1시간 교반하면서 페폴리우레탄폼과 반응시킨 후, 해중합제 GA-008 15g을 추가하여 1시간 동안 반응시킨 것을 제외하고는 실시예 1-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0165] 실시예 6-2
- [0166] GA-008을 15g, GA-006 15g (1:1 중량비)을 사용하는 대신에 GA-008 10.71g, GA-006 19.29g (1:1.8 중량비)을 사용한 것을 제외하고는 실시예 6-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0168] 실시예 6-3
- [0169] GA-008을 15g, GA-006 15g (1:1 중량비)을 사용하는 대신에 GA-008 10g, GA-006 20g (1:2 중량비)을 사용한 것을 제외하고는 실시예 6-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.
- [0171] 실시예 6-4

[0172] GA-008을 15g, GA-006 15g (1:1 중량비)을 사용하는 대신에 GA-008 7.5g, GA-006 22.5g (1:3 중량비)을 사용한 것을 제외하고는 실시예 6-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0174] **실시예 6-5**

[0175] GA-008을 15g, GA-006 15g (1:1 중량비)을 사용하는 대신에 GA-008 6g, GA-006 24g (1:4 중량비)을 사용한 것을 제외하고는 실시예 6-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0177] **실시예 6-6**

[0178] GA-008을 15g, GA-006 15g (1:1 중량비)을 사용하는 대신에 GA-008 5g, GA-006 25g (1:5 중량비)을 사용한 것을 제외하고는 실시예 6-1과 동일한 조건으로 재생 폴리올을 제조하였다.

[0180] **[실험예]**

[0181] **실험예 1: 해중합제 종류와 촉매량에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석 I**

[0182] 해중합제 GA-006를 10g 실시예 1-1 내지 실시예 1-4에 따라 제조된 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 확인한 결과를 아래의 표 2에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 1에 나타내었고, 촉매 KOH 함량에 따른 전환율 변화 그래프를 도 2에 나타내었다.

표 2

	실시예 1-1	실시예 1-2	실시예 1-3	실시예 1-4
Phase	1 phase	2 phase	2phase	2phase
Conversion (%)	98.4	97.2	95.0	94.4

[0183]

[0184] 이에 따르면, 해중합제 GA-006을 10g 사용한 실시예 1-2 내지 1-4의 경우 촉매량에 관계없이 재생 폴리올 생성물은 2 상(phase)로 분리되었다. 상층부에는 생성된 재생 폴리올은 우레탄 폼 제조에 쓰인 폴리올과 GA-006의 에스테르 교환반응(transesterification)에 의해 생성된 것, 하층부에는 이소시아네이트, 아민을 포함한 기타 부산물이 포함되며 서로 상용성이 없으므로 2상으로 분리된다. 또한, 촉매가 폴리우레탄 폼 대비 4중량% 사용한 실시예 1-1의 경우에는 전환율이 98.4%로 가장 높고, 생성물이 1상으로 확인되어 이후의 분리공정을 생략할 수 있다. 필터 과정 중 사용한 에탄올이 생성물에 남아 있는 경우 에탄올이 상용화제로 작용하여 1 상으로 확인되었다.

[0186] **실험예 2: 해중합제 종류와 촉매량에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석 II**

[0187] 해중합제 GA-006를 7.5g 사용한 실시예 2-1 내지 실시예 2-4에 따라 제조된 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 실험예 1과 동일한 방법에 따라 분석한 결과를 아래의 표 3에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 3에 나타내었고, 촉매 KOH 함량에 따른 전환율 변화 그래프를 도 4에 나타내었다.

표 3

	[실시에 2-1]	[실시에 2-2]	[실시에 2-3]	[실시에 2-4]
Phase	2 phase	2 phase	2 phase	2 phase
Conversion (%)	98.6	98.3	98.1	97.0

[0188]

[0189]

이에 따르면, 해중합제 GA-006을 7.5g 사용한 실시에 2-1 내지 2-4의 경우 촉매량에 관계없이 재생 폴리올 생성물은 2 상(phase)로 분리되었으며, 촉매 함량이 적을수록 전환율이 미세하게 낮아졌으나 큰 영향은 없는 것으로 나타났다.

[0191]

실험예 3: 해중합제 종류와 촉매량에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석 III

[0192]

해중합제 GA-006를 5g 사용한 실시에 3-1 내지 실시에 3-4에 따라 제조된 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 실험예 1과 동일한 방법에 따라 분석한 결과를 아래의 표 4에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 5에 나타내었고, 촉매 KOH 함량에 따른 전환율 변화 그래프를 도 6에 나타내었다.

표 4

	[실시에 3-1]	[실시에 3-2]	[실시에 3-3]	[실시에 3-4]
Phase	2 phase	2 phase	2 phase	2 phase
Conversion (%)	96.4	95.6	93.2	90.0

[0193]

[0194]

이에 따르면, 해중합제 GA-006을 5g 사용한 실시에 3-1 내지 3-4의 경우 촉매량에 관계없이 재생 폴리올 생성물은 2 상(phase)로 분리되었으며, 촉매 함량이 적을수록 전환율이 낮아지는 것으로 나타났다.

[0195]

실험예 1 내지 3의 결과를 종합하여 해중합제 GA-006 함량과 촉매 KOH 함량 변화에 따른 전환율 변화 그래프를 도 7 및 도 8에 나타내었다.

[0196]

이에 따르면, 해중합제 GA-006 함량과 관계없이 촉매의 함량이 높을수록 전환율이 높아지는 것으로 나타났으며, 해중합제 GA-006 함량이 7.5g 일 때 전환율이 비교적 높은 것으로 나타났다.

[0198]

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

[0199]

해중합제 GA-006를 7.5g 사용하고 촉매 KOH는 0.05g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 1 %) 사용하면서 반응시간을 달리한 실시에 2-4 내지 실시에 2-7의 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 실험예 1과 동일한 방법에 따라 분석한 결과를 아래의 표 5에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 9에 나타내었고, 반응시간에 따른 전환율 변화 그래프를 도 10에 나타내었다.

표 5

	[실시예 2-5] (1h)	[실시예 2-4] (2h)	[실시예 2-6] (3h)	[실시예 2-7] (4h)
Phase	2 phase	2 phase	2 phase	2 phase
Conversion (%)	92.4	97.0	95.5	96.6

[0200]

[0201]

이에 따르면, 해중합제 GA-006을 7.5g 사용하고 반응시간을 달리한 실시예 2-4 내지 2-7의 경우 반응시간에 관계없이 재생 폴리올 생성물은 2 상(phase)로 분리되었으며, 반응시간이 2시간인 실시예 2-4에서 전환율이 가장 높은 것으로 나타났다.

[0203]

실험예 5: 해중합제 사용량에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석 I

[0204]

해중합제 GA-003 함량을 5g, 7.5g, 10g으로 달리 사용하고 촉매 KOH는 0.05g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 1 %) 사용한 실시예 2-4 내지 실시예 2-7의 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 실험예 1과 동일한 방법에 따라 분석한 결과를 아래의 표 6에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 11에 나타내었고, 해중합제 GA-003 함량에 따른 전환율 변화 그래프를 도 12에 나타내었다.

표 6

	[실시예 4-1]	[실시예 4-2]	[실시예 4-3]
Phase	1 phase	1 phase	1 phase
Conversion (%)	71.5	78.7	79.3

[0205]

[0206]

이에 따르면, 해중합제 GA-003의 사용량이 많을수록 전환율이 높게 나타났으며, 7.5g 사용한 실시예 4-2와 10g 사용한 실시예 4-3은 해중합제 사용량 증가에 비해 전환율의 차이가 크지 않았다. 따라서 해중합제 사용량에 따른 전환 효율을 고려할 때 실시예 4-2의 해중합제 GA-003을 75g 사용하는 것이 가장 바람직한 것으로 보인다.

[0208]

실험예 6: 해중합제 사용량에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석 II

[0209]

해중합제 GA-008 함량을 5g, 7.5g, 10g, 50g, 100g으로 달리 사용하고 촉매 KOH는 0.05g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 1 %) 사용한 실시예 5-1 내지 실시예 5-5의 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 실험예 1과 동일한 방법에 따라 분석한 결과를 아래의 표 7에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 13에 나타내었고, 해중합제 종류와 함량에 따른 전환율 변화 그래프를 도 14에 나타내었다.

표 7

	[실시예 5-1]	[실시예 5-2]	[실시예 5-3]	[실시예 5-4]	[실시예 5-5]
	(5 g)	(7.5g)	(10 g)	(50 g)	(100 g)
Phase	1 phase	1 phase	1 phase	1 phase	1 phase
Conversion (%)	64.0	75.6	84.2	88.9	86.0

[0210]

[0211]

이에 따르면, GA-008 함량 사용량이 많을수록 전환율이 높게 나타났으며, 해중합제 GA-008을 100g 사용한 경우에는 오히려 50g 사용한 경우에는 전환율이 오히려 낮게 측정되었다. 또한, 해중합제 GA-008을 10g 사용한 실시예 5-3과 50g 사용한 실시예 5-4는 해중합제 사용량이 2배로 증가한 것에 비해 전환율의 상승폭은 크지 않았다. 따라서 해중합제 사용량에 따른 전환 효율을 고려할 때 실시예 5-4의 해중합제 GA-008을 10g 사용하는 것이 가장 바람직한 것으로 보인다. 또한, 해중합제 종류에 따른 전환율 및 생성물의 상(phase)을 비교하여 보면, 전환율은 GA-006을 사용하는 경우 소량의 사용으로도 높은 효율을 나타내었으나, GA-006 사용시에는 생성물의 상이 2가지로 나타나 추후 분리공정을 수행하여야 하는 번거로움이 있으므로, 1 상(phase) 형태의 생성물을 얻을 수 있는 GA-003 또는 GA-008을 선택적으로 사용하는 것이 바람직한 것으로 보인다.

[0213]

실험예 7: 반응시간에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석

[0214]

해중합제 GA-008을 50g 사용하고 촉매 KOH는 0.05g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 1wt%) 사용하면서 반응시간을 달리한 실시예 5-4, 실시예 5-6 및 실시예 5-7의 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 상기 실험예 1의 방법과 같은 방법에 따라 분석한 결과를 아래의 표 8에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 15에 나타내었고, 반응시간에 따른 전환율 변화 그래프를 도 16에 나타내었다.

표 8

	[실시예 5-4]	[실시예 5-6]	[실시예 5-7]
	(2h)	(4h)	(8h)
Phase	1 phase	1 phase	1 phase
Conversion (%)	88.9	88.2	91.2

[0215]

[0216]

이에 따르면, 해중합제 GA-008을 50g 사용하고 반응시간을 달리한 실시예 5-4, 실시예 5-6 및 실시예 5-7의 경우 반응시간에 관계없이 재생 폴리올 생성물은 1 상(phase)로 분리되었으며, 반응시간이 2시간인 경우와 8시간인 경우 반응시간 4시간인 경우보다 전환율이 더 높은 것으로 나타나, 반응시간에 따른 전환 효율을 고려할 때 반응시간을 2시간으로 설정한 실시예 5-4가 가장 바람직한 것으로 보인다.

[0218]

실험예 8: 반응온도에 따른 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석

[0219]

해중합제 GA-008을 50g 사용하고 촉매 KOH는 0.05g(페폴리우레탄 폼 중량 대비 1wt%) 사용하면서 반응온도를 달리한 실시예 5-4, 실시예 5-8 및 실시예 5-9의 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 상기 실험예 1의 방법과 같은 방법에 따라 분석한 결과를 아래의 표 9에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 17에 나타내었고, 반응온도에 따른 전환율 변화 그래프를 도 18에 나타내었다.

표 9

	[실시예 5-4] (195 °C)	[실시예 5-8] (220 °C)	[실시예 5-9] (240 °C)
Phase	1 phase	1 phase	1 phase
Conversion (%)	88.9	86.5	93.1

[0220]

[0221]

이에 따르면, 해중합제 GA-008을 50g 사용하고 반응온도를 달리한 실시예 5-4, 실시예 5-8 및 실시예 5-9의 경우 반응시간에 관계없이 재생 폴리올 생성물은 1 상(phase)로 분리되었으며, 반응온도는 195℃인 경우와 240℃인 경우에 220℃인 경우 보다 오히려 전환율이 높은 것으로 나타나, 반응온도에 따른 공정 효율을 고려할 때 240℃ 보다는 195℃로 온도를 설정한 실시예 5-4가 가장 바람직한 것으로 보인다.

[0223]

실험예 9: 2중 폴리올을 사용한 재생 폴리올 전환율 및 상(phase) 분석

[0224]

GA-006과 GA-008 2종의 해중합제를 순차 사용하면서 해중합제의 총량은 30g으로 고정하고 2종의 해중합제 비율을 달리하여 폴리올을 재생한 실시예 6-1 내지 6-6의 재생 폴리올의 전환율과 생성물의 상(phase)을 상기 실험예 1과 동일한 방법에 따라 분석한 결과를 아래의 표 10에 정리하였으며, 생성물의 사진을 도 19에 나타내었고, 2중 해중합제의 비율에 따른 전환율 변화 그래프를 도 20에 나타내었다.

표 10

KE - 810 : GL - 600	[실시예 6-1] 1 : 1	[실시예 6-2] 1 : 1.8	[실시예 6-3] 1 : 2	[실시예 6-4] 1 : 3	[실시예 6-5] 1 : 4	[실시예 6-6] 1 : 5
Phase	1 phase	1 phase	2 phase	2 phase	2 phase	2 phase
Conversion (%)	82.4	86.6	88.2	88.8	90.8	94.5

[0225]

[0226]

이에 따르면, GA-008:GA-006의 중량비가 1:1인 실시예 6-1과 1:1.8인 실시예 6-2인 경우 재생 폴리올 생성물은 1상(phase)로 분리되었으며, GA-006의 비율이 그 이상으로 높아지면 재생 폴리올 생성물은 2상(phase)로 분리되었고, 전환율이 증가하는 것으로 나타났다. 따라서, 공정 효율을 고려하였을 때 1상을 가지며 전환율이 높은 실시예 6-2가 재생 폴리올 제조에 가장 적합한 것으로 보인다.

[0228]

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 포함된다 할 것이다.

도면

도면1



GA-006(4%)
[실시예 1-1]



GA-006(3%)
[실시예 1-2]

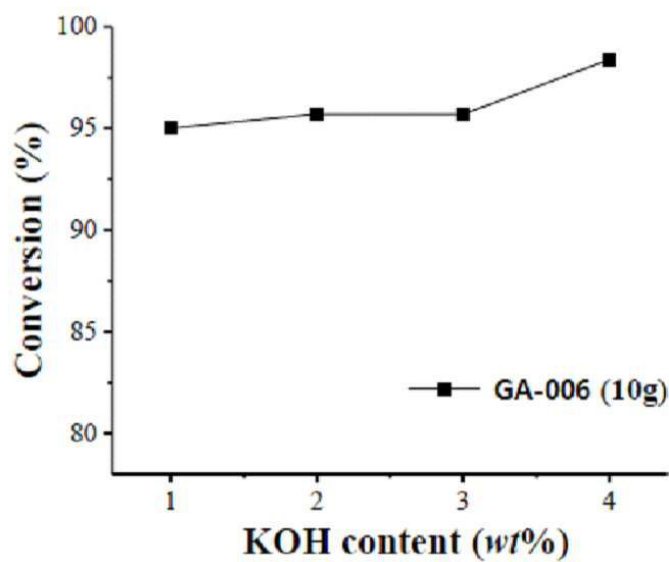


GA-006(2%)
[실시예 1-3]



GA-006(1%)
[실시예 1-4]

도면2



도면3



GA-006(4%)
[실시예 2-1]



GA-006(3%)
[실시예 2-2]

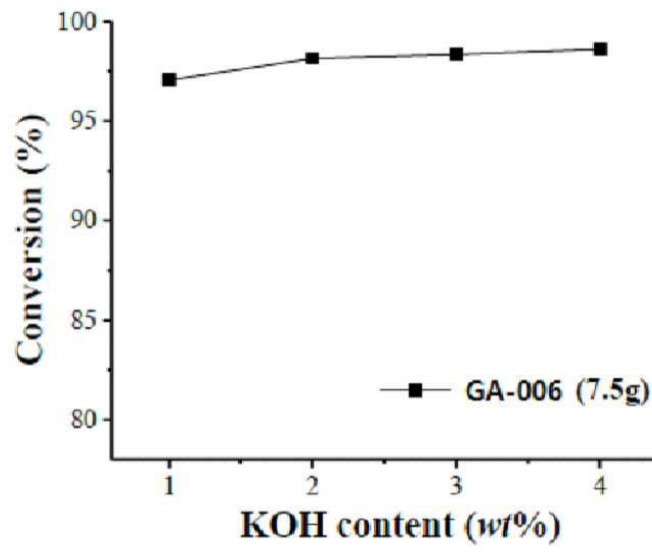


GA-006(2%)
[실시예 2-3]



GA-006(1%)
[실시예 2-4]

도면4



도면5



GA-006(4%)
[실시예 3-1]



GA-006(3%)
[실시예 3-2]

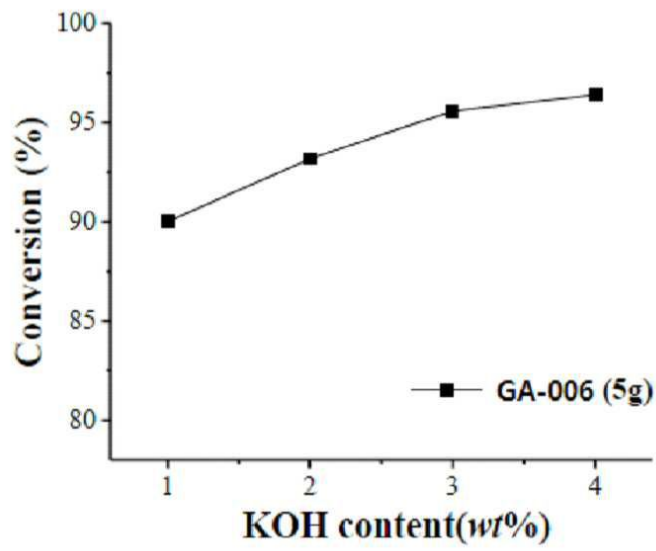


GA-006(2%)
[실시예 3-3]

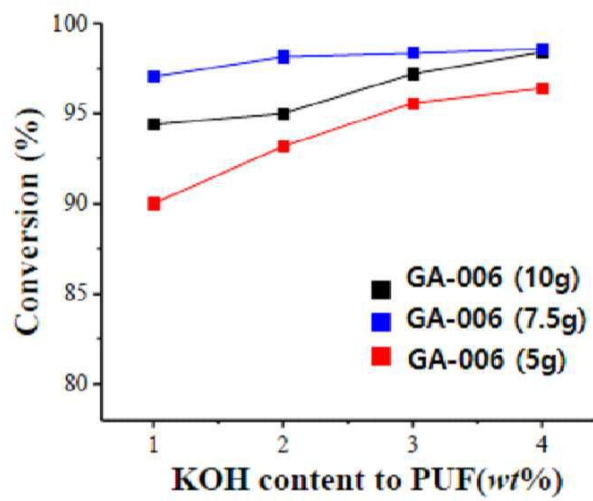


GA-006(1%)
[실시예 3-4]

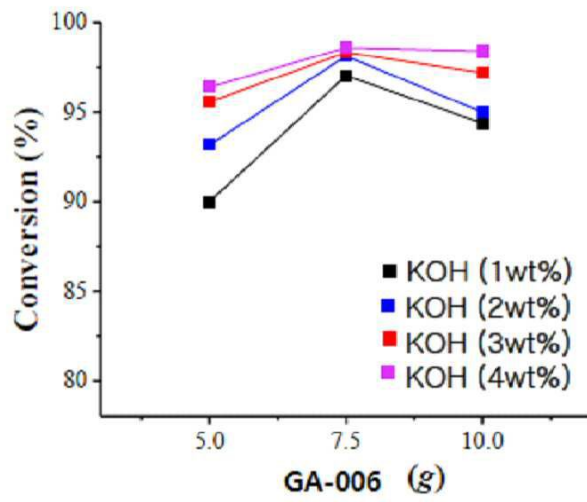
도면6



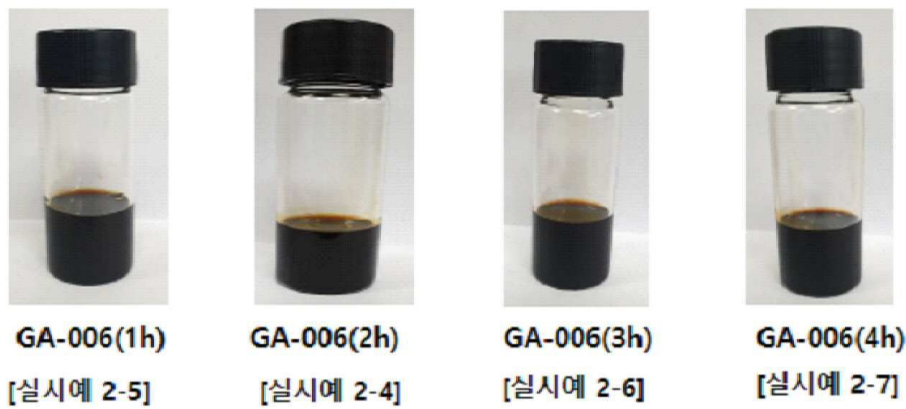
도면7



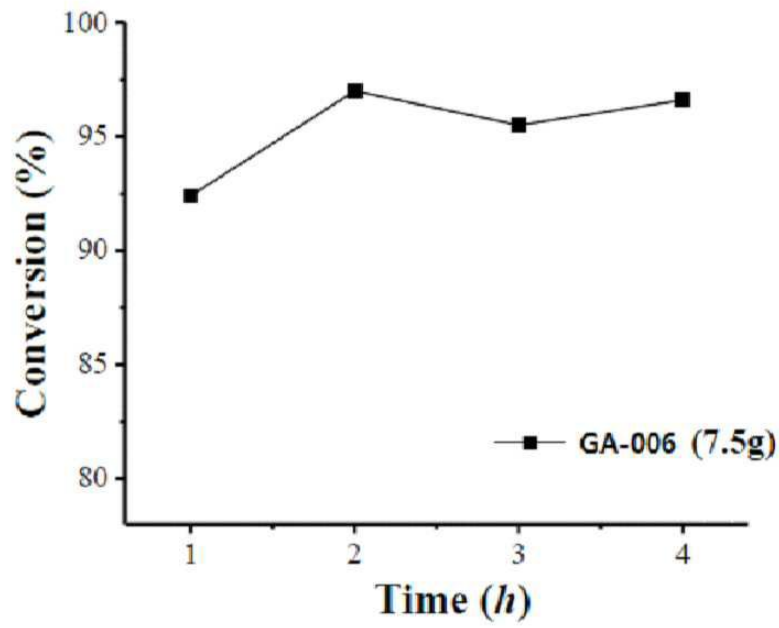
도면8



도면9



도면10



도면11



GA-003(5g)
[실시예 4-1]

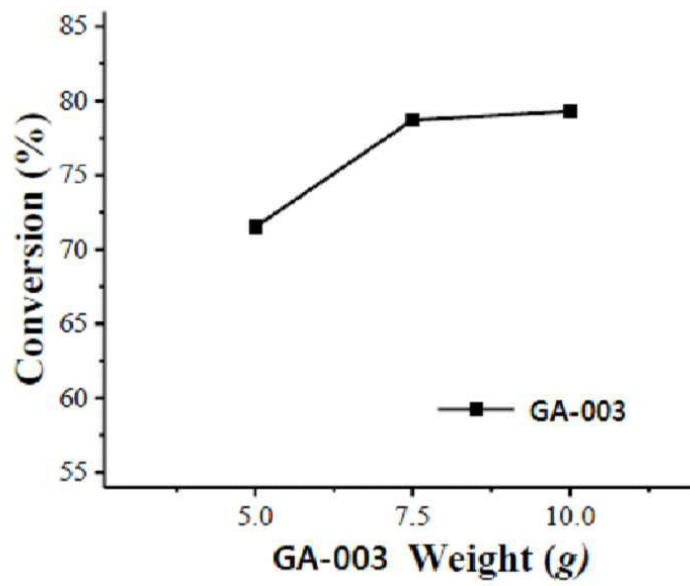


GA-003(7.5g)
[실시예 4-2]

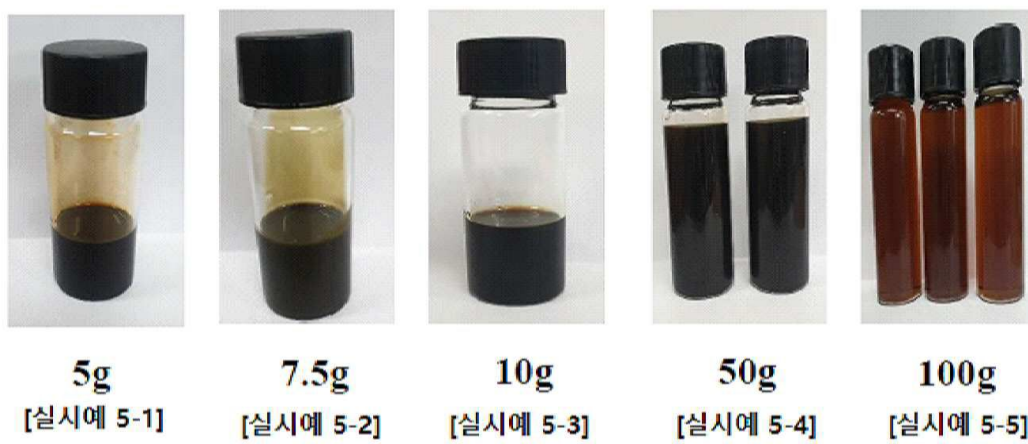


GA-003(10g)
[실시예 4-3]

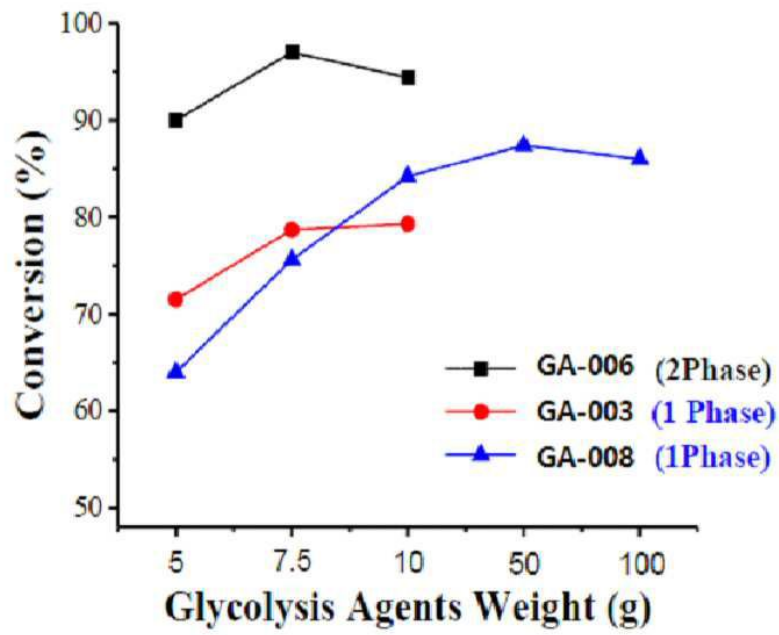
도면12



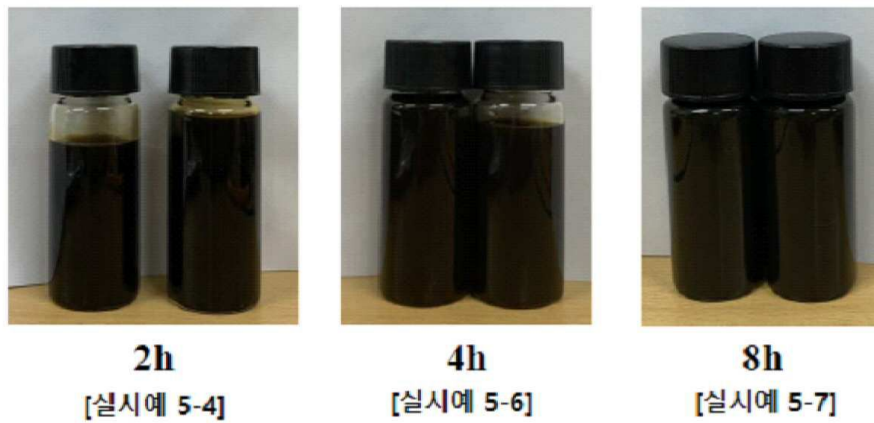
도면13



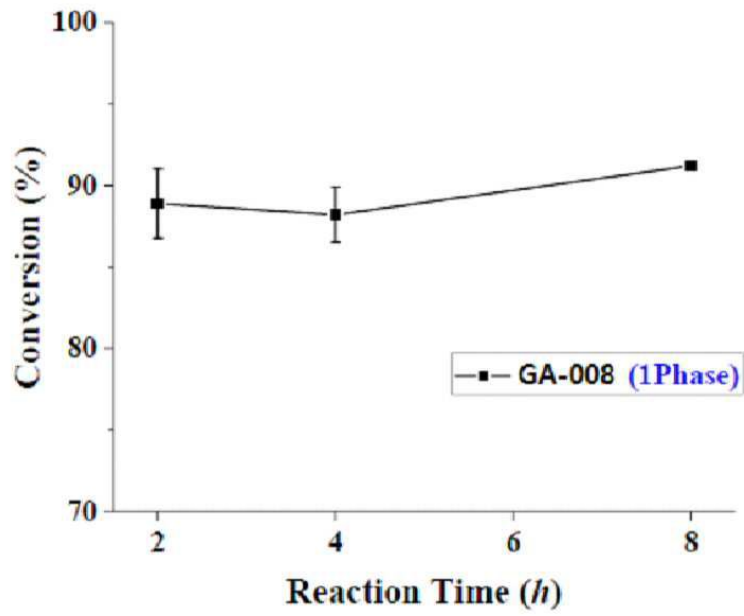
도면14



도면15



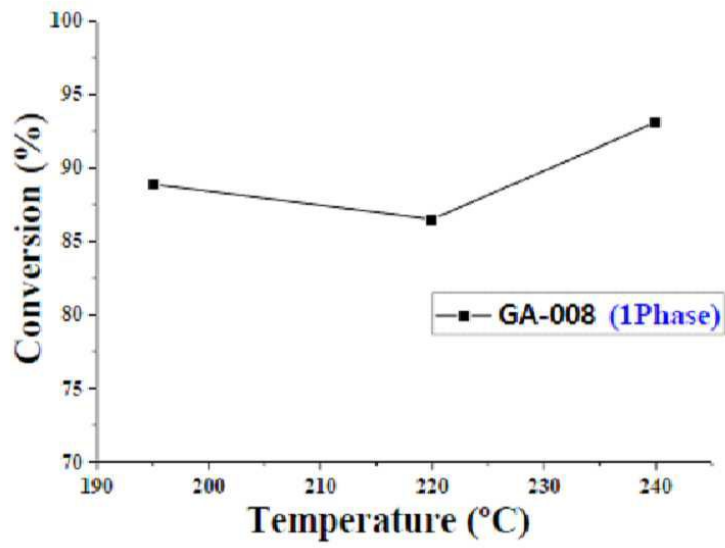
도면16



도면17



도면18



도면19



도면20

