



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2015-0081454  
(43) 공개일자 2015년07월14일

- |   |   |
|---|---|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)<br/>C08G 18/06 (2006.01) C08J 9/14 (2006.01)<br/>C08L 75/04 (2006.01) C08G 101/00 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류<br/>C08G 18/06 (2013.01)<br/>C08J 9/146 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2015-7016346(분할)</p> <p>(22) 출원일자(국제) 2008년12월17일<br/>심사청구일자 없음</p> <p>(62) 원출원 특허 10-2010-7015668<br/>원출원일자(국제) 2008년12월17일<br/>심사청구일자 2013년12월17일</p> <p>(85) 번역문제출일자 2015년06월18일</p> <p>(86) 국제출원번호 PCT/US2008/087227</p> <p>(87) 국제공개번호 WO 2009/085857<br/>국제공개일자 2009년07월09일</p> <p>(30) 우선권주장<br/>61/015,061 2007년12월19일 미국(US)<br/>(뒷면에 계속)</p> | <p>(71) 출원인<br/>이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니<br/>미합중국 델라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시<br/>마켓 스트리트 1007</p> <p>(72) 발명자<br/>로, 게리<br/>미국 19702 델라웨어주 네워크 로버트 레트 웨이<br/>5<br/>크레아쥬, 조셉, 안토니<br/>미국 19810 델라웨어주 월밍톤 케일 코트 5</p> <p>(74) 대리인<br/>양영준, 양영환, 김영</p> |
|---|---|

전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 Z-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 함유 공비 또는 공비-유사 혼합물을 함유하는 폼-형성 조성물 및 폴리이소시아네이트-기재 폼의 제조에서의 그의 용도

**(57) 요약**

시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐을 함유하는 공비 또는 공비-유사 혼합물을 함유하는 폼-형성 조성물을 기재한다. 폼-형성 조성물은 (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐과 메틸 포르메이트, 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄, 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌, 펜탄, 아이소펜탄, 사이클로펜탄, HFC-245fa 또는 다이메톡시메탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b) 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 함유한다. 또한 유효량의 폼-형성 조성물과 적합한 폴리이소시아네이트의 반응으로부터 제조된 폐쇄-셀 폴리우레탄 또는 폴리이소시아누레이트 중합체 폼을 기재한다. 또한 유효량의 폼-형성 조성물과 적합한 폴리이소시아네이트를 반응시켜 폐쇄-셀 폴리우레탄 또는 폴리이소시아누레이트 중합체 폼을 제조하는 방법을 기재한다.

(52) CPC특허분류

*C08L 75/04* (2013.01)  
*C08G 2101/00* (2013.01)

(30) 우선권주장

61/015,027	2007년12월19일	미국(US)
61/015,086	2007년12월19일	미국(US)
61/015,089	2007년12월19일	미국(US)
61/015,092	2007년12월19일	미국(US)
61/015,214	2007년12월20일	미국(US)
61/015,218	2007년12월20일	미국(US)
61/015,221	2007년12월20일	미국(US)

---

**명세서**

**청구범위**

**청구항 1**

- (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 및 메틸 포르메이트의 공비 혼합물; 및
- (b) 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼 (foam)-형성 조성물.

**청구항 2**

- (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 및 메틸 포르메이트의 공비-유사 혼합물; 및
- (b) 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼-형성 조성물.

**청구항 3**

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 활성 수소-함유 화합물이 폴리에테르 폴리올인 폼-형성 조성물.

**청구항 4**

제1항 또는 제2항에 따른 유효량의 폼-형성 조성물과 적합한 폴리아이소시아네이트의 반응으로부터 제조되고, 상기 적합한 폴리이소시아네이트가 메타- 또는 파라페닐렌 다이아이소시아네이트, 톨루엔-2,4-다이아이소시아네이트, 톨루엔-2,6-다이아이소시아네이트, 헥사메틸렌-1,6-다이아이소시아네이트, 테트라메틸렌-1,4-다이아이소시아네이트, 사이클로헥산-1,4-다이아이소시아네이트, 헥사하이드로톨루엔 다이아이소시아네이트 (및 이성질체), 나프틸렌-1,5-다이아이소시아네이트, 1-메틸페닐-2,4-페닐다이아이소시아네이트, 다이페닐메탄-4,4-다이아이소시아네이트, 다이페닐메탄-2,4-다이아이소시아네이트, 4,4 -바이페닐렌다이아이소시아네이트 및 3,3-다이메톡시-4,4 바이페닐렌다이아이소시아네이트 및 3,3-다이메틸다이페닐프로판-4,4-다이아이소시아네이트를 포함하는 다이아이소시아네이트; 톨루엔-2,4,6-트리아이소시아네이트를 포함하는 트리아이소시아네이트 및 4,4 -다이메틸다이페닐메탄-2,2,5,5-테트라아이소시아네이트 및 폴리메틸렌폴리-페닐로폴리아이소시아네이트를 포함하는 폴리아이소시아네이트 및 이의 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 것인, 폐쇄-셀 폴리우레탄 또는 폴리아이소시아누레이트 중합체 폼.

**청구항 5**

제4항에 있어서, 상기 중합체 폼의 초기 R-수치가  $6.0 \text{ ft}^2\text{-hr}^{-2}\text{-}^\circ\text{F/BTU-in}$  초과인 폐쇄-셀 폴리우레탄 또는 폴리아이소시아누레이트 중합체 폼.

**청구항 6**

제1항 또는 제2항에 따른 유효량의 폼-형성 조성물과 적합한 폴리아이소시아네이트의 반응을 포함하고, 상기 적합한 폴리이소시아네이트가 메타- 또는 파라페닐렌 다이아이소시아네이트, 톨루엔-2,4-다이아이소시아네이트, 톨루엔-2,6-다이아이소시아네이트, 헥사메틸렌-1,6-다이아이소시아네이트, 테트라메틸렌-1,4-다이아이소시아네이트, 사이클로헥산-1,4-다이아이소시아네이트, 헥사하이드로톨루엔 다이아이소시아네이트 (및 이성질체), 나프틸렌-1,5-다이아이소시아네이트, 1-메틸페닐-2,4-페닐다이아이소시아네이트, 다이페닐메탄-4,4-다이아이소시아네이트, 다이페닐메탄-2,4-다이아이소시아네이트, 4,4 -바이페닐렌다이아이소시아네이트 및 3,3-다이메톡시-4,4 바이페닐렌다이아이소시아네이트 및 3,3-다이메틸다이페닐프로판-4,4-다이아이소시아네이트를 포함하는 다이아이소시아네이트; 톨루엔-2,4,6-트리아이소시아네이트를 포함하는 트리아이소시아네이트 및 4,4 -다이메틸다이페닐메탄-2,2,5,5-테트라아이소시아네이트 및 폴리메틸렌폴리-페닐로폴리아이소시아네이트를 포함하는 폴리아이소시아네이트 및 이의 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 것인, 폐쇄-셀 폴리우레탄 또는 폴리아이소시아누레이트 중합체 폼의 제조 방법.

**발명의 설명**

**기술분야**

- [0001] 본 출원은 미국 특허 출원 제61/015061호, 제61/015027호, 제61/015086호, 제61/015089호 및 제61/015092호 (2007년 12월 19일 출원됨), 미국 특허 출원 제61/015214호, 제61/015218호 및 제61/015221호 (2007년 12월 20일 출원됨)에 대해 우선권을 주장한다.
- [0002] 본원은 (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐을 포함하는 공비 또는 공비-유사 혼합물 및 (b) 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼 (foam)-형성 조성물, 및 폴리우레탄 및 폴리이소시아나이드 폼의 제조를 위한 상기 조성물의 용도에 관한 것이다.

**배경 기술**

- [0003] 페쇄-셀 폴리이소시아나이드-기재 폼은, 예를 들어 빌딩 건축 및 에너지 효율적 전기 제품의 생산에서 단열 목적으로 널리 사용된다. 건축 산업에서, 폴리우레탄/폴리이소시아나이드 보드 스택은 지붕 및 외벽에서 그의 단열 및 하중 지지 능력을 위해 사용된다. 주입된 폴리우레탄 폼 및 분사된 폴리우레탄 폼은 지붕 단열, 저장 탱크와 같은 큰 구조물 단열, 냉장고 및 냉동고와 같은 제품 단열, 냉장 트럭 및 자동차 등의 단열을 비롯한 다양한 적용분야에서 널리 사용된다.
- [0004] 상기한 여러 유형의 폴리우레탄/폴리이소시아나이드 폼은 모두 그의 생산에 발포제가 요구된다. 단열 폼은 할로카본 발포제의 사용에 의존하는데, 이는 중합체를 발포시키기 위해서 뿐만이 아니라, 무엇보다도 단열 수치에서 매우 중요한 특징인 그의 낮은 증기 열 전도도 때문이다. 역사적으로, 폴리우레탄 폼에는 CFC (클로로플루오로카본, 예를 들어 CFC-11, 트라이클로로플루오로메탄) 및 HCFC (하이드로클로로플루오로카본, 예를 들어 HCFC-141b, 1,1-다이클로로-1-플루오로에탄)이 주요 발포제로서 사용되었다. 그러나, CFC 및 HCFC와 같은 염소-함유 분자가 성층권 오존의 파괴에 미치는 영향 때문에, CFC 및 HCFC의 생산 및 사용이 몬트리올 의정서에 의해 제한되었다. 보다 최근에는, 성층권 오존의 파괴에 기여하지 않는 하이드로플루오로카본 (HFC)이 폴리우레탄 폼을 위한 발포제로서 사용되어왔다. 이러한 적용에 사용되는 HFC의 예는 HFC-245fa (1,1,1,3,3-펜타플루오로프로판)이다. HFC는 성층권 오존의 파괴에는 기여하지 않지만, "온실 효과"에의 그들의 기여 - 즉, 그들은 지구 온난화에 기여한다 - 로 인하여 염려스러운 것이다. 지구 온난화에 대한 그들의 기여 결과, HFC는 감시하에 있게 되었으며, 그들의 광범위한 사용이 또한 미래에는 제한될 수 있다.

- [0005] 하이드로카본 또한 폼 발포제로서 제안되어 왔다. 그러나, 이러한 화합물은 가연성이고 다수는 광화학적으로 반응성이므로, 그 결과 지상 오존 (즉, 스모그) 생성에 기여한다. 이러한 화합물은 통상적으로 휘발성 유기 화합물 (VOC)로 지칭되고, 환경적 규제의 대상이 된다.
- [0006] 실질적으로 오존 파괴 지수 (ODP)가 없고 지구 온난화 지수 (GWP)가 없거나 매우 낮은 발포제를 사용함으로써, 낮은 가연성, 우수한 단열성 및 높은 치수 안정성을 제공하는 폼을 제조하는 것이 요구된다. 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 (Z-FC-1336mzz 또는 Z-CF<sub>3</sub>CH=CHCF<sub>3</sub>)이 우수한 후보 중 하나이다.
- [0007] 일본 특허 제05179043호에는 폴리우레탄 폼을 위한 발포제로서 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐이 기재되어 있고, 이의 사용을 시도하고 있다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0008] 발포제 조성물 (또한 폼 팽창제 또는 폼 팽창 조성물로도 공지됨)에는 순수한 단일 성분 또는 공비 또는 공비-유사 혼합물이 종종 요구된다. 예를 들어, 발포제 조성물이 순수한 단일 성분 또는 공비 또는 공비-유사 혼합물이 아닌 경우, 조성물은 폼 형성 과정에 적용하는 도중에 변할 수 있다. 조성물의 그러한 변화는 공정에 악영향을 주거나 응용에서 열등한 성능을 야기할 수 있다. 따라서, 발포제로서 Z-FC-1336mzz를 함유하는 공비 또는 공비-유사 혼합물을 사용하여 폴리우레탄/폴리이소시아나이드 폼을 제조할 필요가 있다.

**과제의 해결 수단**

- [0009] 본 출원은 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐의 공비 또는 공비-유사 혼합물을 각각 포함하는 8가지 상이한 유형의 폼-형성 조성물을 포함한다.
- [0010] 본원은 (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 및 메틸 포르메이트의 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b)

2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼-형성 조성물을 제공한다.

- [0011] 본원은 (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 및 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄의 공비-유사 혼합물; 및 (b) 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼-형성 조성물을 제공한다.
- [0012] 본원은 (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 및 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌의 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b) 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼-형성 조성물을 제공한다.
- [0013] 본원은 (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 및 펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b) 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼-형성 조성물을 제공한다.
- [0014] 본원은 (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 및 아이소펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b) 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼-형성 조성물을 제공한다.
- [0015] 본원은 (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 및 사이클로펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b) 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼-형성 조성물을 제공한다.
- [0016] 본원은 (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 및 HFC-245fa의 공비-유사 혼합물; 및 (b) 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼-형성 조성물을 제공한다.
- [0017] 본원은 (a) 시스-1,1,1,4,4,4-헥사플루오로-2-부텐 및 다이메톡시메탄의 공비-유사 혼합물; 및 (b) 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼-형성 조성물을 제공한다.
- [0018] 본원은 또한 유효량의 폼-형성 조성물 및 적합한 폴리이소시아네이트의 반응으로부터 제조되는 폐쇄-셀 폴리우레탄 또는 폴리이소시아누레이트 중합체 폼을 제공한다.
- [0019] 본원은 또한 폐쇄-셀 폴리우레탄 또는 폴리이소시아누레이트 중합체 폼의 제조 방법을 제공한다. 상기 방법은 유효량의 폼-형성 조성물 및 적합한 폴리이소시아네이트를 반응시키는 것을 포함한다.

**발명의 효과**

- [0020] 발포제 조성물 (또한 폼 팽창제 또는 폼 팽창 조성물로도 공지됨)에는 순수한 단일 성분 또는 공비 또는 공비-유사 혼합물이 종종 요구된다. 예를 들어, 발포제 조성물이 순수한 단일 성분 또는 공비 또는 공비-유사 혼합물이 아닌 경우, 조성물은 폼 형성 과정에 적용하는 도중에 변할 수 있다. 조성물의 그러한 변화는 공정에 악영향을 주거나 응용에서 열등한 성능을 야기할 수 있다. 따라서, 발포제로서 Z-FC-1336mzz를 함유하는 공비 또는 공비-유사 혼합물을 사용하여 폴리우레탄/폴리이소시아누레이트 폼을 제조할 필요가 있다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0021] 이하에서 설명되는 실시양태의 상세 사항을 다루기 전에, 몇몇 용어를 정의하거나 또는 명확히 하기로 한다.
- [0022] "크림 타임 (cream time)"은, 활성 수소-함유 화합물과 폴리이소시아네이트를 혼합하는 시점에서 시작하여 발포가 일어나기 시작하고 혼합물의 색이 변하기 시작하는 시점까지의 시간을 지칭하는 것을 의도한다.
- [0023] "라이즈 타임 (rise time)"은, 활성 수소-함유 화합물과 폴리이소시아네이트를 혼합하는 시점에서 시작하여 폼 발포가 멈추는 시점까지의 시간을 지칭하는 것을 의도한다.
- [0024] "택트 프리 타임 (tack free time)"은, 활성 수소-함유 화합물과 폴리이소시아네이트를 혼합하는 시점에서 시작하여 폼의 표면이 더이상 점착성이 아닌 시점까지의 시간을 지칭하는 것을 의도한다.
- [0025] "초기 R-수치"는, 폼이 형성되고 점착성이 없어진 후 24시간 이내에 23.9°C (75°F)의 평균 온도에서 측정된 중합체 폼의 단열 수치 (열 저항성)를 지칭하는 것을 의도한다.
- [0026] Z-FC-1336mzz는 공지된 화합물이고, 그의 제조 방법은 그 전체가 본원에 참고문헌으로 도입되는, 예를 들어 미국 특허 공보 제US2008/0269532호에 기재되어 있다.
- [0027] 본 출원은 (a) Z-FC-1336mzz를 포함하는 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b) 활성 수소-함유 화합물을 포함하는 폼-형성 조성물을 포함한다.
- [0028] 본 발명의 일부 실시양태에서, 폼-형성 조성물은 (a) Z-FC-1336mzz 및 메틸 포르메이트의 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b) 하이드록실기 형태의 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함한다. 본원에서, Z-FC-1336mzz 및 메틸 포르메이트의 공비 또는 공비-유사 혼합물을 발포제로서 사용한다. 발포제 Z-FC-

1336mzz 및 메틸 포르메이트는 공비-유사 혼합물을 형성한다. 통상적으로 이들은, 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합하기 전에 조합한다. 대안적으로, 상기 두 성분 중 하나를 다른 성분의 일부 또는 전부와 혼합한 후 나머지 한 성분을 넣어 혼합할 수 있다. 예를 들어, 메틸 포르메이트를 첨가하기 전에 Z-FC-1336mzz를 먼저 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합할 수 있다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 1-99 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 99-1 중량%의 메틸 포르메이트를 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 50-92 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 50-8 중량%의 메틸 포르메이트를 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 90 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 10 중량%의 메틸 포르메이트를 함유한다.

[0029] Z-FC-1336mzz 및 메틸 포르메이트의 공비 또는 공비-유사 혼합물은, 그 전체가 본원에 참고문헌으로 도입되는 미국 특허 출원 제60/926617호 [FL1369 US PRV] (2007년 4월 27일 출원됨)에 기재되어 있다.

[0030] 본 발명의 일부 실시양태에서, 폼-형성 조성물은 (a) Z-FC-1336mzz 및 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄의 공비-유사 혼합물; 및 (b) 하이드록실기 형태의 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함한다. 본원에서, Z-FC-1336mzz 및 1,1,1,3,3-펜타플루오로부탄의 공비-유사 혼합물 (HFC-365mfc 또는  $CF_3CH_2CF_2CH_3$ )을 발포제로서 사용한다. 발포제 Z-FC-1336mzz 및 HFC-365mfc는 공비-유사 혼합물을 형성한다. 통상적으로 이들은, 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합하기 전에 조합한다. 대안적으로, 상기 두 성분 중 하나를 다른 성분의 일부 또는 전부와 혼합한 후 나머지 한 성분을 넣어 혼합할 수 있다. 예를 들어, HFC-365mfc를 첨가하기 전에 Z-FC-1336mzz를 먼저 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합할 수 있다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 1-99 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 99-1 중량%의 HFC-365mfc를 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 45-95 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 55-5 중량%의 HFC-365mfc를 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 80 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 20 중량%의 HFC-365mfc를 함유한다.

[0031] Z-FC-1336mzz 및 HFC-365mfc의 공비-유사 혼합물은, 그 전체가 본원에 참고문헌으로 도입되는 미국 특허 출원 제60/930383호 [FL1401 US PRV] (2007년 5월 16일 출원됨)에 기재되어 있다.

[0032] 본 발명의 일부 실시양태에서, 폼-형성 조성물은 (a) Z-FC-1336mzz 및 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌의 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b) 하이드록실기 형태의 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함한다. 본원에서, Z-FC-1336mzz 및 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌 (트랜스-1,2-DCE 또는 트랜스-  $C1CH=CHC1$ )의 공비 또는 공비-유사 혼합물을 발포제로서 사용한다. 발포제 Z-FC-1336mzz 및 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌은 공비-유사 혼합물을 형성한다. 통상적으로 이들은, 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합하기 전에 조합한다. 대안적으로, 상기 두 성분 중 하나를 다른 성분의 일부 또는 전부와 혼합한 후 나머지 한 성분을 넣어 혼합할 수 있다. 예를 들어, 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌을 첨가하기 전에 Z-FC-1336mzz를 먼저 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합할 수 있다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 66-99 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 34-1 중량%의 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 68-95 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 32-5 중량%의 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비 혼합물은 74.7 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 25.3 중량%의 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 68 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 32 중량%의 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌을 함유한다.

[0033] Z-FC-1336mzz 및 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌의 공비 또는 공비-유사 혼합물은, 그 전체가 본원에 참고문헌으로 도입되는 미국 특허 출원 제60/931960호 [FL1404 US PRV] (2007년 5월 24일 출원됨)에 기재되어 있다.

[0034] 본 발명의 일부 실시양태에서, 폼-형성 조성물은 (a) Z-FC-1336mzz 및 펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b) 하이드록실기 형태의 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함한다. 본원에서, Z-FC-1336mzz 및 펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물을 발포제로서 사용한다. 발포제 Z-FC-1336mzz 및 펜탄은 공비-유사 혼합물을 형성한다. 통상적으로 이들은, 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합하기 전에 조합한다. 대안적으로, 상기 두 성분 중 하나를 다른 성분의 일부 또는 전부와 혼합한 후 나머지 한 성분을 넣어 혼합할 수 있다. 예를 들어, 펜탄을 첨가하기 전에 Z-FC-1336mzz를 먼저 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합할 수 있다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 62-78 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 38-22 중량%의 펜탄을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 64-76 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 36-24 중량%의 펜탄을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비 혼합물은 70.2 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 29.8 중량%의 펜탄을 함유한다.

[0035] Z-FC-1336mzz 및 펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물은, 그 전체가 본원에 참고문헌으로 도입되는 미국 특허 출원 제60/930467호 [FL1394 US PRV] (2007년 5월 16일 출원됨)에 기재되어 있다.

[0036] 본 발명의 일부 실시양태에서, 폼-형성 조성물은 (a) Z-FC-1336mzz 및 아이소펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합



물; 및 (b) 하이드록실기 형태의 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함한다. 본원에서, Z-FC-1336mzz 및 아이소펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물을 발포제로서 사용한다. 발포제 Z-FC-1336mzz 및 아이소펜탄은 공비-유사 혼합물을 형성한다. 통상적으로 이들은, 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합하기 전에 조합한다. 대안적으로, 상기 두 성분 중 하나를 다른 성분의 일부 또는 전부와 혼합한 후 나머지 한 성분을 넣어 혼합할 수 있다. 예를 들어, 아이소펜탄을 첨가하기 전에 Z-FC-1336mzz를 먼저 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합할 수 있다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 51-70 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 49-30 중량%의 아이소펜탄을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 54-67 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 46-33 중량%의 아이소펜탄을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비 혼합물은 61.4 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 38.6 중량%의 아이소펜탄을 함유한다.

[0037] Z-FC-1336mzz 및 아이소펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물은, 그 전체가 본원에 참고문헌으로 도입되는 미국 특허 출원 제60/930445호 [FL1395 US PRV] (2007년 5월 16일 출원됨)에 기재되어 있다.

[0038] 본 발명의 일부 실시양태에서, 폼-형성 조성물은 (a) Z-FC-1336mzz 및 사이클로펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물; 및 (b) 하이드록실기 형태의 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함한다. 본원에서, Z-FC-1336mzz 및 사이클로펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물을 발포제로서 사용한다. 발포제 Z-FC-1336mzz 및 사이클로펜탄은 공비-유사 혼합물을 형성한다. 통상적으로 이들은, 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합하기 전에 조합한다. 대안적으로, 상기 두 성분 중 하나를 다른 성분의 일부 또는 전부와 혼합한 후 나머지 한 성분을 넣어 혼합할 수 있다. 예를 들어, 사이클로펜탄을 첨가하기 전에 Z-FC-1336mzz를 먼저 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합할 수 있다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 75-88 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 25-12 중량%의 사이클로펜탄을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 77-87 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 23-13 중량%의 사이클로펜탄을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 85 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 15 중량%의 사이클로펜탄을 함유한다.

[0039] Z-FC-1336mzz 및 사이클로펜탄의 공비 또는 공비-유사 혼합물은, 그 전체가 본원에 참고문헌으로 도입되는 미국 특허 출원 제60/999871호 [FL1445 US PRV] (2007년 10월 22일 출원됨)에 기재되어 있다.

[0040] 본 발명의 일부 실시양태에서, 폼-형성 조성물은 (a) Z-FC-1336mzz 및 HFC-245fa의 공비-유사 혼합물; 및 (b) 하이드록실기 형태의 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함한다. 본원에서, Z-FC-1336mzz 및 HFC-245fa의 공비-유사 혼합물을 발포제로서 사용한다. 발포제 Z-FC-1336mzz 및 HFC-245fa 는 공비-유사 혼합물을 형성한다. 통상적으로 이들은, 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합하기 전에 조합한다. 대안적으로, 상기 두 성분 중 하나를 다른 성분의 일부 또는 전부와 혼합한 후 나머지 한 성분을 넣어 혼합할 수 있다. 예를 들어, HFC-245fa를 첨가하기 전에 Z-FC-1336mzz를 먼저 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합할 수 있다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 1-24 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 99-76 중량%의 HFC-245fa를 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 3-22 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 97-78 중량%의 HFC-245fa를 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 20 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 80 중량%의 HFC-245fa를 함유한다.

[0041] Z-FC-1336mzz 및 HFC-245fa의 공비-유사 혼합물은, 그 전체가 본원에 참고문헌으로 도입되는 미국 특허 출원 제 60/931875호 [FL1405 US PRV] (2007년 5월 24일 제출됨)에 기재되어 있다.

[0042] 본 발명의 일부 실시양태에서, 폼-형성 조성물은 (a) Z-FC-1336mzz 및 다이메톡시메탄의 공비-유사 혼합물; 및 (b) 하이드록실기 형태의 2개 이상의 활성 수소를 갖는 활성 수소-함유 화합물을 포함한다. 본원에서, Z-FC-1336mzz 및 다이메톡시메탄의 공비-유사 혼합물을 발포제로서 사용한다. 발포제 Z-FC-1336mzz 및 다이메톡시메탄은 공비-유사 혼합물을 형성한다. 통상적으로 이들은, 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합하기 전에 조합한다. 대안적으로, 상기 두 성분 중 하나를 다른 성분의 일부 또는 전부와 혼합한 후 나머지 한 성분을 넣어 혼합할 수 있다. 예를 들어, 다이메톡시메탄을 첨가하기 전에 Z-FC-1336mzz를 먼저 폼-형성 조성물 중의 다른 성분과 혼합할 수 있다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 1-99 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 99-1 중량%의 다이메톡시메탄을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 67-97 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 33-3 중량%의 다이메톡시메탄을 함유한다. 한 실시양태에서, 공비-유사 혼합물은 85 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 15 중량%의 다이메톡시메탄을 함유한다.

[0043] Z-FC-1336mzz 및 다이메톡시메탄의 공비-유사 혼합물은, 그 전체가 본원에 참고문헌으로 도입되는 미국 특허 출원 제60/967874호 [FL1427 US PRV] (2007년 9월 7일 출원됨)에 기재되어 있다.

[0044] 당업계에서 인식되고 있는 바와 같이, 공비 또는 공비-유사 혼합물은 두 가지 이상의 상이한 성분의

혼화물로서, 주어진 압력에서 액체일 때, 개별 성분들의 비등점 보다 높거나 낮은 온도일 수 있으며 실질적으로 일정한 온도에서 비등하여, 비등하는 액체 조성물과 본질적으로 동일한 증기 조성물을 제공하는 혼화물이다.

[0045] 본원 논의 내용의 목적상, 공비-유사 혼합물은 공비 혼합물과 유사하게 거동하는 조성물을 의미한다 (즉, 일정한 비등 특징, 또는 비등시 또는 증발시에 분별되지 않는 경향을 갖는다). 따라서, 비등시 또는 증발시에 형성되는 증기의 조성은 본래의 액체 조성물과 동일 또는 실질적으로 동일하다. 따라서, 비등시 또는 증발시, 액체 조성물은 그들이 조금이라도 변한다면, 단지 최소한 또는 무시할만한 정도로만 변한다. 이는 비등시 또는 증발시에 액체 조성물이 상당한 정도로 변하는 비공비-유사 조성물과 대조된다.

[0046] 부가적으로, 공비-유사 조성물은 사실상 압력 차이가 없는 이슬점 압력과 기포점 압력을 나타낸다. 즉, 주어진 온도에서 이슬점 압력과 기포점 압력의 차이는 작은 값일 것이다. 본 발명에서, (기포점 압력을 기준으로) 3 퍼센트 이하의 이슬점 압력과 기포점 압력의 차이를 갖는 조성물은 공비-유사인 것으로 간주된다.

[0047] 따라서, 공비 또는 공비-유사 조성물의 필수적 특징은 주어진 압력에서 액체 조성물의 비등점이 고정되고, 비등하는 조성물 위의 증기의 조성이 비등하는 액체 조성물과 본질적으로 같다는 것이다 (즉, 액체 조성물의 성분의 분별이 일어나지 않는다). 또한 당업계에서, 공비 조성물의 각각의 성분의 비등점과 증량 백분율 둘 다, 공비 또는 공비-유사 액체 조성물이 상이한 압력들에서 비등할 때 변할 수 있다고 인식된다. 따라서, 공비 또는 공비-유사 조성물은 성분들 사이에 존재하는 특유의 관계 면에서 또는 성분들의 조성 범위의 면에서 또는 특정 압력에서의 고정된 비등점에 의해 특징지어지는 조성물의 각각의 성분의 정확한 증량 백분율 면에서 정의될 수 있다. 또한 당업계에서, 다양한 공비 조성물은 (특정 압력에서의 비등점을 비롯하여) 계산할 수 있다고 인식된다 (예를 들어, 문헌 [W. Schotte Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev. (1980) 19, 432-439 참고]). 동일한 성분을 갖는 공비 조성물의 실험적 규명을 사용하여 이러한 계산의 정확성을 확인하고/하거나 동일 또는 상이한 온도 및 압력에서의 계산을 수정할 수 있다.

[0048] 본 발명의 활성 수소-함유 화합물은, 본원에 참고문헌으로 도입되는 미국 특허 제4,394,491호에 기재된 바와 같이 아이소시아네이트기와 반응성인 활성 수소 원자를 함유하는 2개 이상의 기를 갖는 화합물을 포함할 수 있다. 이러한 화합물의 예는 분자당 적어도 2개의 하이드록실기를 갖고, 더 구체적으로 폴리올, 예컨대 폴리에테르 또는 폴리에스테르 폴리올을 포함한다. 이러한 폴리올의 예는 약 50 내지 약 700, 통상적으로 약 70 내지 약 300, 보다 통상적으로 약 90 내지 약 270의 증량 당량을 갖고, 적어도 2개의 하이드록실기, 통상적으로 3 내지 8개의 상기기를 갖는 것이다.

[0049] 적합한 폴리올의 예에는 폴리에스테르 폴리올, 예컨대 방향족 폴리에스테르 폴리올, 예를 들어 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (PET) 스크랩을 글라이콜, 예컨대 다이에틸렌 글라이콜을 이용하여 트랜스에스테르화시켜 제조되는 것 또는 프탈산 무수물과 글라이콜을 반응시켜 제조되는 것이 포함된다. 생성된 폴리에스테르 폴리올을 추가로 에틸렌 - 및/또는 프로필렌 옥사이드 - 과 반응시켜 부가적인 내부 알킬렌옥시기를 함유하는 팽창된 폴리에스테르 폴리올을 형성할 수 있다.

[0050] 적합한 폴리올의 예에는 또한, 폴리에테르 폴리올, 예컨대 폴리에틸렌 옥사이드, 폴리프로필렌 옥사이드, 말단 하이드록실기를 갖는 혼합된 폴리에틸렌-프로필렌 옥사이드가 특히 포함된다. 다른 적합한 폴리올은 에틸렌 및/또는 프로필렌 옥사이드와, 예를 들어 글리세롤, 펜타에리트리톨 및 탄수화물, 예컨대 소르비톨, 글루코오스, 수크로오스 등과 같은 폴리하이드록시 화합물에 존재하는 바와 같이 2 내지 16개, 일반적으로 3 내지 8개의 하이드록실기를 갖는 개시제를 반응시켜 제조할 수 있다. 적합한 폴리에테르 폴리올에는 또한 지방족 또는 방향족 아민-기재 폴리올이 포함될 수 있다.

[0051] 본 발명은 또한 유효량의 폼-형성 조성물과 적합한 폴리아이소시아네이트를 반응시켜 폐쇄-셀 폴리우레탄 또는 폴리아이소시아누레이트 중합체 폼을 제조하는 방법에 관한 것이다.

[0052] 통상적으로, 적합한 폴리아이소시아네이트와 반응시키기 전에, 상기한 활성 수소-함유 화합물 및 임의로 다른 첨가제를 발포제와 혼합하여 폼-형성 조성물을 형성한다. 이러한 폼-형성 조성물은 통상적으로 아이소시아네이트-반응성 예비블렌드 또는 B-사이드 (side) 조성물로서 당업계에 공지되어 있다. 본 발명의 폼-형성 조성물은, 단순히 각각의 성분의 목적하는 양을 칭량한 후 이를 적절한 용기 내 적절한 온도 및 압력에서 조합하는 것을 비롯한, 당업자에게 편리한 임의의 방식으로 제조할 수 있다.

[0053] 폴리아이소시아네이트-기재 폼을 제조할 때, 폴리아이소시아네이트 반응물은 통상적으로, 활성 수소-함유 화합물을 기준으로하여 아이소시아네이트기의 당량 대 활성 수소의 당량의 비율, 즉 발포 지수가 약 0.9 내지 약 10, 대부분의 경우 약 1 내지 약 4이도록 하는 비율로 선택된다.



- [0054] 상기 방법에 임의의 적합한 폴리아이소시아네이트를 사용할 수 있지만, 폴리아이소시아네이트-기재 폼의 제조에 유용한, 적합한 폴리아이소시아네이트의 예에는 적어도 하나의 방향족, 지방족, 사이클로지방족 폴리아이소시아네이트가 특히 포함된다. 상기 화합물의 대표적 부재에는 다이아이소시아네이트, 예컨대 메타- 또는 파라페닐렌 다이아이소시아네이트, 톨루엔-2,4-다이아이소시아네이트, 톨루엔-2,6-다이아이소시아네이트, 헥사메틸렌-1,6-다이아이소시아네이트, 테트라메틸렌-1,4-다이아이소시아네이트, 사이클로헥산-1,4-다이아이소시아네이트, 헥사하이드로톨루엔 다이아이소시아네이트 (및 이성질체), 나프틸렌-1,5-다이아이소시아네이트, 1-메틸페닐-2,4-페닐다이아이소시아네이트, 다이페닐메탄-4,4-다이아이소시아네이트, 다이페닐메탄-2,4-다이아이소시아네이트, 4,4'-바이페닐렌다이아이소시아네이트 및 3,3'-다이메톡시-4,4'-바이페닐렌다이아이소시아네이트 및 3,3'-다이메틸다이페닐프로판-4,4'-다이아이소시아네이트; 트리아이소시아네이트, 예컨대 톨루엔-2,4,6-트리아이소시아네이트 및 폴리아이소시아네이트, 예컨대 4,4'-다이메틸다이페닐메탄-2,2,5,5-테트라아이소시아네이트 및 다양한 폴리메틸렌폴리-페닐로폴리아이소시아네이트, 이의 혼합물이 특히 포함된다.
- [0055] 톨루엔 다이아민을 포함하는 혼합물을 포스겐화하여 수득한 조질 톨루엔 다이아이소시아네이트, 또는 조질 다이페닐메탄다이아민을 포스겐화하여 수득한 조질 다이페닐메탄 다이아이소시아네이트와 같은 조질 폴리아이소시아네이트를 또한 본 발명의 실행에 사용할 수 있다. 이러한 화합물의 특정 예에는, 폴리우레탄에 가교될 수 있는 능력 때문에 메틸렌-가교된 폴리페닐폴리아이소시아네이트가 포함된다.
- [0056] 폴리아이소시아네이트-기재 폼의 제조에 소량의 첨가제를 사용하는 것이 종종 바람직하다. 상기 첨가제에는 당 업계에 특히 널리 공지된 촉매, 계면활성제, 난연제, 보존제, 색소, 산화방지제, 강화제, 충전제, 정전기 방지제로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 부재가 포함된다.
- [0057] 조성물에 따라, 경화 도중 발포 반응 혼합물을 안정화시키기 위해 계면활성제를 사용할 수 있다. 상기 계면활성제에는 통상적으로 액체 또는 고체 유기실리콘 화합물이 포함된다. 계면활성제는, 발포 반응 혼합물을 붕괴로부터 안정화시키고, 크고 고르지 못한 셀 형성을 방지하기에 충분한 양으로 사용된다. 본 발명의 한 실시양태에서, 모든 발포 성분의 총 중량 (즉, 발포제 + 활성 수소-함유 화합물 + 폴리아이소시아네이트 + 첨가제)을 기준으로 약 0.1% 내지 약 5 중량%의 계면활성제를 사용한다. 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 모든 발포 성분의 총 중량을 기준으로 약 1.5% 내지 약 3 중량%의 계면활성제를 사용한다.
- [0058] 활성 수소-함유 화합물 (예, 폴리올)과 폴리아이소시아네이트의 반응을 위한 하나 이상의 촉매를 또한 사용할 수 있다. 임의의 적합한 우레탄 촉매를 사용할 수 있지만, 특정 촉매는 3차 아민 화합물 및 유기금속성 화합물을 포함한다. 이러한 촉매의 예시는, 그 내용이 본원에 참고문헌으로 도입되는, 예를 들어 미국 특허 제 5,164,419호에 기재되어 있다. 예를 들어, 폴리아이소시아네이트의 삼량체화를 위한 촉매, 예컨대 알칼리 금속 알콕사이드, 알칼리 금속 카르복실레이트 또는 4차 아민 화합물 또한 본원에서 임의로 사용할 수 있다. 이러한 촉매는 폴리아이소시아네이트의 반응 속도를 측정가능할 정도로 증가시키는 양으로 사용한다. 촉매의 통상적인 양은 발포 성분의 총 중량을 기준으로 약 0.1% 내지 약 5 중량%이다.
- [0059] 본 발명의 폴리아이소시아네이트-기재 폼의 제조 방법에서, 활성 수소-함유 화합물 (예를 들어, 폴리올), 폴리아이소시아네이트 및 다른 성분을 접촉시키고, 철저히 혼합하고 셀형 중합체로 발포 및 경화되도록 한다. 혼합 장치는 결정적이지 않으며, 다양한 통상적인 유형의 혼합 헤드 및 분무 장치를 사용한다. 통상적인 장치는, 통상적인 아이소시아네이트-기재 폼 발포제, 예컨대 플루오로트라이클로로메탄 (CCl<sub>3</sub>F, CFC-11)이 사용되는 아이소시아네이트-기재 폼의 제조에 통상적으로 사용되는 장치, 장비 및 공정을 의미한다. 이러한 통상적인 장치는 하기 문헌에 기재된다: 문헌 [H. Boden et al. in chapter 4 of the Polyurethane Handbook, edited by G. Oertel, Hanser Publishers, New York, 1985]; 문헌 [a paper by H. Grunbauer et al. titled "Fine Celled CFC-Free Rigid Foam - New Machinery with Low Boiling Blowing Agents" published in Polyurethanes 92 from the Proceedings of the SPI 34th Annual Technical/Marketing Conference, October 21-October 24, 1992, New Orleans, Louisiana]; 및 문헌 [a paper by M. Taverna et al. titled "Soluble or Insoluble Alternative Blowing Agents? Processing Technologies for Both Alternatives, Presented by the Equipment Manufacturer", published in Polyurethanes World Congress 1991 from the Proceedings of the SPI/ISOPA September 24-26, 1991, Acropolis, Nice, France]. 상기 문헌은 본원에 참고문헌으로 도입된다.
- [0060] 본 발명의 한 실시양태에서, 폴리아이소시아네이트와 활성 수소-함유 성분을 반응시키기 전에 특정 원재료의 예비블렌드를 제조한다. 예를 들어, 폴리올(들), 발포제, 계면활성제(들), 촉매(들), 및 폴리아이소시아네이트를 제외한 다른 발포 성분을 블렌딩한 후, 이 블렌드를 폴리아이소시아네이트와 접촉시키는 것이 종종 유용하다. 대안적으로, 폴리아이소시아네이트 및 폴리올(들)이 접촉된 혼합 영역에 모든 발포 성분을 개별적으로 도입할

수 있다. 폴리올(들) 전체 또는 일부와 폴리아이소시아네이트를 예비 반응시켜 예비중합체를 형성하는 것 또한 가능하다.

[0061] 본 발명의 조성물 및 방법은, 예를 들어, 일체형 표피, RIM 및 연질 (flexible) 폼, 특히 분무 단열에서, 현장 주입 제품 폼으로서 또는 경질 단열 보드 스타크 및 라미네이트로서 유용한 경질 폐쇄-셀 중합체 폼을 비롯한 모든 유형의 팽창된 폴리우레탄 폼의 제조에 적용가능하다.

[0062] 본 발명은 또한, 본원의 유효량의 폼-형성 조성물 및 적합한 폴리아이소시아네이트를 반응시켜 제조되는 폐쇄-셀 폴리우레탄 또는 폴리아이소시아누레이트 중합체 폼에 관한 것이다.

[0063] 실시예

[0064] 본원은 하기 실시예에서 추가로 정의된다. 하기 실시예는 바람직한 실시양태를 나타내지만, 단지 예시로서 제공됨을 이해해야 한다. 상기 논의 내용 및 하기 실시예로부터 당업자는 바람직한 특성을 확인할 수 있고, 본 발명의 주제 및 범위에서 벗어나지 않는 한 다양한 용도 및 조건에 적합시키기 위해 다양한 변화 및 개조를 가할 수 있다.

[0065] 폴리올은 톨루엔 다이아민 (o-TDA) 개시된 방향족 폴리에테르 폴리올 (보라놀 (VORANOL) 391) (미국 미시간주 49641-1206 미드랜드 소재의 다우 케미컬즈 사 (Dow Chemicals Inc.) 로부터 입수함)이다. 폴리올의 점도는 25 °C에서 4.74 Pa·s (4740 센티푸아즈)이다. 폴리올 중 하이드록실기의 함량은 폴리올 1 g 당 391 mg KOH에 해당한다.

[0066] 규소 유형 계면활성제는, 미국 06897 코네티컷주 윌튼 덴버리 로드 187 소재의 모멘티브 퍼포먼스 머티리얼스 (Momentive Performance Materials)에서 입수한 70%의 폴리알킬렌옥사이드메틸실록산 및 30%의 폴리알킬렌 옥사이드의 혼합물 (니악스 실리콘 (Niax Silicone) L-5440)이다.

[0067] 아민 촉매 (폴리캣 (Polycat) 8)는, 미국 18195 펜실베이니아주 알렌타운 해밀턴 블러바드 7201소재의 에어 프리덕츠 사 (Air Products Inc.)에서 입수한 N,N-다이메틸사이클로헥실아민이다.

[0068] 공촉매 (큐리탄 (Curithane) 52)는, 미국 18195 펜실베이니아주 알렌타운 해밀턴 블러바드 7201 소재의 에어 프리덕츠 사에서 입수한 2-메틸(n-메틸 아미노 b-나트륨 아세테이트 노닐 페놀)이다.

[0069] 폴리메틸렌 폴리페닐 아이소시아네이트 (PAPI 27)는 미국 49641-1206 미시간주 미드랜드 소재의 다우 케미컬즈 사에서 입수하였다.

[0070] 초기 R-수치는 레이저컴프 폭스 (LaserComp FOX) 304 열전도도 측정기로 평균 온도 23.9°C (75°F)에서 측정하였다. R-수치의 단위는 ft<sup>2</sup>-hr-°F/BTU-in이다.

[0071] 실시예 1

[0072] Z-FC-1336mzz 및 메틸 포르메이트 공비-유사 혼합물로부터 제조된 폴리우레탄 폼

[0073] 발포제 Z-FC-1336mzz 및 메틸 포르메이트를 예비혼합하여 90 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 10 중량%의 메틸 포르메이트를 함유하는 공비-유사 혼합물을 형성하였다.

[0074] 폴리올, 계면활성제, 촉매, 물 및 발포제 (10 중량%의 메틸 포르메이트 및 90 중량%의 Z-FC-1336mzz)를 수동으로 예비혼합 한 후 폴리아이소시아네이트와 혼합하였다. 생성된 혼합물을 20.3 cm × 20.3 cm × 6.35 cm (8"× 8"×2.5") 종이 상자에 부어 넣어 폴리우레탄 폼을 형성하였다. 폼의 제형 및 특성을 하기 표 1 및 2에 나타내었다.

표 1

폴리우레탄 제형

성분	중량부
폴리올	100
규소 유형 계면활성제	2.0
아민 촉매	1.5
공촉매	0.5
물	1.0
발포제 (90 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 10 중량%의 메틸 포르메이트)	25.1
폴리메틸렌 폴리페닐 아이소시아네이트	132

[0075]

표 2

폴리우레탄 폼 특성

발포 지수	1.22
크립 타임(초)	8
라이즈 타임(초)	90
백트 프리 타임(초)	100
폼 밀도 (g/L (세제곱피트 당 파운드))	36.8 (2.3)
초기 R-수치 (m <sup>2</sup> -분-°C/J-m (ft <sup>2</sup> -hr-°F/BTU-in))	0.0158 (7.3)

[0076]

실시예 2

[0077]

Z-FC-1336mzz 및 HFC-365mfc 공비-유사 혼합물로부터 제조된 폴리우레탄 폼

[0078]

발포제 Z-FC-1336mzz 및 HFC-365mfc를 예비혼합하여 80 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 20 중량%의 HFC-365mfc를 함유하는 공비-유사 혼합물을 형성하였다.

[0079]

[0080]

폴리올, 계면활성제, 촉매, 물 및 발포제 (20 중량%의 HFC-365mfc 및 80 중량%의 Z-FC-1336mzz)를 수동으로 예비혼합 한 후 폴리아이소시아네이트와 혼합하였다. 생성된 혼합물을 20.3 cm × 20.3 cm × 6.35 cm (8"×8"×2.5") 종이 상자에 부어 넣어 폴리우레탄 폼을 형성하였다. 폼의 제형 및 특성을 하기 표 3 및 4에 나타내었다.

표 3

폴리우레탄 제형

성분	중량부
폴리올	100
규소 유형 계면활성제	2.0
아민 촉매	1.5
공촉매	0.5
물	1.0
발포제 (80 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 20 중량%의 HFC-365mfc)	28.8
폴리메틸렌 폴리페닐 아이소시아네이트	132

[0081]

표 4

폴리우레탄 폼 특성

발포 지수	1.2
크림 타임(초)	8
라이즈 타임(초)	90
백트 프리 타임(초)	100
폼 밀도 (g/L (세제곱피트 당 파운드))	35.2 (2.2)
초기 R-수치 (m <sup>2</sup> -분-°C/J-m (ft <sup>2</sup> -hr-°F/BTU-in))	0.0156 (7.4)

[0082]

[0083] 실시예 3

[0084] Z-FC-1336mzz 및 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌 공비 혼합물로부터 제조된 폴리우레탄 폼

[0085] 발포제 Z-FC-1336mzz 및 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌을 예비혼합하여 74.7 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 25.3 중량%의 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌을 함유하는 공비 혼합물을 형성하였다.

[0086] 폴리올, 계면활성제, 촉매, 물 및 발포제 (25.3 중량%의 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌 및 74.7 중량%의 Z-FC-1336mzz)를 수동으로 예비혼합 한 후 폴리아이소시아네이트와 혼합하였다. 생성된 혼합물을 20.3 cm × 20.3 cm × 6.35 cm (8"×8"×2.5") 종이 상자에 부어 넣어 폴리우레탄 폼을 형성하였다. 폼의 제형 및 특성을 하기 표 5 및 6에 나타내었다.

표 5

폴리우레탄 제형

성분	중량부
폴리올	100
규소 유형 계면활성제	2.0
아민 촉매	1.5
공촉매	0.5
물	1.0
발포제 (74.7 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 25.3 중량%의 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌)	25.1
폴리메틸렌 폴리페닐 아이소시아네이트	132

[0087]

표 6

폴리우레탄 폼 특성

발포 지수	1.2
크림 타임(초)	11
라이즈 타임(초)	90
백트 프리 타임(초)	100
폼 밀도 (g/L (세제곱피트 당 파운드))	33.6 (2.1)
초기 R-수치 (m <sup>2</sup> -분-°C/J-m (ft <sup>2</sup> -hr-°F/BTU-in))	0.0163 (7.1)

[0088]

[0089] 실시예 4

[0090] Z-FC-1336mzz 및 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌 공비-유사 혼합물로부터 제조된 폴리우레탄 폼

[0091] 발포제 Z-FC-1336mzz 및 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌을 예비혼합하여 68 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 32 중량%의 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌을 함유하는 공비-유사 혼합물을 형성하였다.

[0092] 폴리올, 계면활성제, 촉매, 물 및 발포제 (32 중량%의 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌 및 68 중량%의 Z-FC-1336mzz)를 수동으로 예비혼합 한 후 폴리아이소시아네이트와 혼합하였다. 생성된 혼합물을 20.3 cm × 20.3 cm × 6.35 cm (8"×8"×2.5") 종이 상자에 부어 넣어 폴리우레탄 폼을 형성하였다. 폼의 제형 및 특성을 하기 표 7 및 8에 나타내었다.

표 7

폴리우레탄 제형

성분	중량부
폴리올	100
규소 유형 계면활성제	2.0
아민 촉매	1.5
공촉매	0.5
물	1.0
발포제 (68 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 32 중량%의 트랜스-1,2-다이클로로에틸렌)	24.1
폴리메틸렌 폴리페닐 아이소시아네이트	132

[0093]

표 8

폴리우레탄 폼 특성

발포 지수	1.2
크림 타임(초)	9
라이즈 타임(초)	88
백트 프리 타임(초)	93
폼 밀도 (g/L (체제콤파트 당 파운드))	36.8 (2.3)
초기 R-수치 (m <sup>2</sup> -분-°C/J-m (ft <sup>2</sup> -hr-°F/BTU-in))	0.0161 (7.2)

[0094]

[0095] 실시예 5

[0096] Z-FC-1336mzz 및 펜탄 공비 혼합물로부터 제조된 폴리우레탄 폼

[0097] 발포제 Z-FC-1336mzz 및 펜탄을 예비혼합하여 70.2 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 29.8 중량%의 펜탄을 함유하는 공비 혼합물을 형성하였다.

[0098] 폴리올, 계면활성제, 촉매, 물 및 발포제 (29.8 중량%의 펜탄 및 70.2 중량%의 Z-FC-1336mzz)를 수동으로 예비혼합 한 후 폴리아이소시아네이트와 혼합하였다. 생성된 혼합물을 20.3 cm × 20.3 cm × 6.35 cm (8"×8"×2.5") 종이 상자에 부어 넣어 폴리우레탄 폼을 형성하였다. 폼의 제형 및 특성을 하기 표 9 및 10에 나타내었다.



표 9

폴리우레탄 제형

성분	중량부
폴리올	100
규소 유형 계면활성제	2.0
아민 촉매	1.5
공촉매	0.5
물	1.0
발포제 (70.2 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 29.8 중량%의 펜탄)	21.4
폴리메틸렌 폴리페닐 아이소시아네이트	132

[0099]

표 10

폴리우레탄 폼 특성

발포 지수	1.2
크림 타임(초)	9
라이즈 타임(초)	90
백트 프리 타임(초)	100
폼 밀도 (g/L (세제곱피트 당 파운드))	36.8 (2.3)
초기 R-수치 (m <sup>2</sup> -분-°C/J-m (ft <sup>2</sup> -hr-°F/BTU-in))	0.0168 (6.9)

[0100]

실시예 6

Z-FC-1336mzz 및 아이소펜탄 공비 혼합물로부터 제조된 폴리우레탄 폼

발포제 Z-FC-1336mzz 및 아이소펜탄을 예비혼합하여 61.4 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 38.6 중량%의 아이소펜탄을 함유하는 공비 혼합물을 형성하였다.

폴리올, 계면활성제, 촉매, 물 및 발포제 (38.6 중량%의 아이소펜탄 및 61.4 중량%의 Z-FC-1336mzz)를 수동으로 예비혼합 한 후 폴리아이소시아네이트와 혼합하였다. 생성된 혼합물을 20.3 cm × 20.3 cm × 6.35 cm (8"×8"×2.5") 종이 상자에 부어 넣어 폴리우레탄 폼을 형성하였다. 폼의 제형 및 특성을 하기 표 11 및 12에 나타내었다.

표 11

폴리우레탄 제형

성분	중량부
폴리올	100
규소 유형 계면활성제	2.0
아민 촉매	1.5
공촉매	0.5
물	1.0
발포제 (61.4 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 38.6 중량%의 아이소펜탄)	19.7
폴리메틸렌 폴리페닐 아이소시아네이트	132

[0105]

표 12

폴리우레탄 폼 특성

발포 지수	1.2
크림 타임(초)	7
라이즈 타임(초)	80
백트 프리 타임(초)	90
폼 밀도 (g/L (세제곱피트 당 파운드))	28.8 (1.8)
초기 R-수치 (m <sup>2</sup> -분-°C/J-m (ft <sup>2</sup> -hr-°F/BTU-in))	0.0178 (6.5)

[0106]

[0107] 실시예 7

[0108] Z-FC-1336mzz 및 사이클로펜탄 공비-유사 혼합물로부터 제조된 폴리우레탄 폼

[0109] 발포제 Z-FC-1336mzz 및 사이클로펜탄을 예비혼합하여 85 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 15 중량%의 사이클로펜탄을 함유하는 공비-유사 혼합물을 형성하였다.

[0110] 폴리올, 계면활성제, 촉매, 물 및 발포제 (15 중량%의 사이클로펜탄 및 85 중량%의 Z-FC-1336mzz)를 수동으로 예비혼합 한 후 폴리아이소시아네이트와 혼합하였다. 생성된 혼합물을 20.3 cm × 20.3 cm × 6.35 cm (8"×8"×2.5") 종이 상자에 부어 넣어 폴리우레탄 폼을 형성하였다. 폼의 제형 및 특성을 하기 표 13 및 14에 나타내었다.

표 13

폴리우레탄 제형

성분	중량부
폴리올	100
규소 유형 계면활성제	2.0
아민 촉매	1.5
공촉매	0.5
물	1.0
발포제 (85 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 15 중량%의 사이클로펜탄)	24.5
폴리메틸렌 폴리페닐 아이소시아네이트	132

[0111]

표 14

폴리우레탄 폼 특성

발포 지수	1.2
크림 타임(초)	10
라이즈 타임(초)	85
백트 프리 타임(초)	95
폼 밀도 (g/L (세제곱피트 당 파운드))	36.8 (2.3)
초기 R-수치 (m <sup>2</sup> -분-°C/J-m (ft <sup>2</sup> -hr-°F/BTU-in))	0.0158 (7.3)

[0112]

[0113] 실시예 8

[0114] Z-FC-1336mzz 및 HFC-245fa 공비-유사 혼합물로부터 제조된 폴리우레탄 폼

[0115]

발포제 Z-FC-1336mzz 및 HFC-245fa를 예비혼합하여 20 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 80 중량%의 HFC-245fa를 함유하는 공비-유사 혼합물을 형성하였다. 폴리올, 계면활성제, 촉매, 물 및 발포제 (80 중량%의 HFC-245fa 및 20 중량%의 Z-FC-1336mzz)를 수동으로 예비혼합 한 후 폴리아이소시아네이트와 혼합하였다. 생성된 혼합물을 20.3 cm × 20.3 cm × 6.35 cm (8"×8"×2.5") 종이 상자에 부어 넣어 폴리우레탄 폼을 형성하였다. 폼의 제형 및 특성을 하기 표 15 및 16에 나타내었다.

표 15

폴리우레탄 제형

성분	중량부
폴리올	100
규소 유형 계면활성제	2.0
아민 촉매	1.5
공촉매	0.5
물	1.0
발포제 (20 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 80 중량%의 HFC-245fa)	25.0
폴리메틸렌 폴리페닐 아이소시아네이트	132

[0116]

표 16

폴리우레탄 폼 특성

발포 지수	1.2
크림 타임(초)	7
라이즈 타임 (초)	90
백트 프리 타임(초)	90
폼 밀도 (g/L (세제곱피트 당 파운드))	38.4 (2.4)
초기 R-수치 (m <sup>2</sup> -분-°C/J-m (ft <sup>2</sup> -hr-°F/BTU-in))	0.0163 (7.1)

[0117]

실시예 9

[0118]

Z-FC-1336mzz 및 다이메톡시메탄 공비-유사 혼합물로부터 제조된 폴리우레탄 폼

[0119]

발포제 Z-FC-1336mzz 및 다이메톡시메탄을 예비혼합하여 85 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 15 중량%의 다이메톡시메탄을 함유하는 공비-유사 혼합물을 형성하였다.

[0120]

[0121]

폴리올, 계면활성제, 촉매, 물 및 발포제 (15 중량%의 다이메톡시메탄 및 85 중량%의 Z-FC-1336mzz)를 수동으로 예비혼합 한 후 폴리아이소시아네이트와 혼합하였다. 생성된 혼합물을 20.3 cm × 20.3 cm × 6.35 cm (8"×8"×2.5") 종이 상자에 부어 넣어 폴리우레탄 폼을 형성하였다. 폼의 제형 및 특성을 하기 표 17 및 18에 나타내었다.

표 17

폴리우레탄 제형

성분	중량부
폴리올	100
규소 유형 계면활성제	2.0
아민 촉매	1.5
공촉매	0.5
물	1.0
발포제 (85 중량%의 Z-FC-1336mzz 및 15 중량%의 다이메톡시메탄)	25.1
폴리메틸렌 폴리페닐 아이소시아네이트	132

[0122]

표 18

폴리우레탄 폼 특성

발포 지수	1.2
크림 타임(초)	7
라이즈 타임 (초)	85
백트 프리 타임(초)	105
폼 밀도 (g/L (세제폼피트 당 파운드))	32.0 (2.0)
초기 R-수치 (m <sup>2</sup> -분-°C/J-m (ft <sup>2</sup> -hr-°F/BTU-in))	0.0170 (6.8)

[0123]