



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년08월25일  
(11) 등록번호 10-1059594  
(24) 등록일자 2011년08월19일

(51) Int. Cl.  
D01F 8/14 (2006.01) D02G 3/02 (2006.01)  
D01D 5/12 (2006.01) D01D 5/36 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2004-7021031  
(22) 출원일자(국제출원일자) 2003년06월23일  
심사청구일자 2008년06월23일  
(85) 번역문제출일자 2004년12월24일  
(65) 공개번호 10-2005-0013155  
(43) 공개일자 2005년02월02일  
(86) 국제출원번호 PCT/US2003/019910  
(87) 국제공개번호 WO 2004/003270  
국제공개일자 2004년01월08일  
(30) 우선권주장  
10/183,710 2002년06월27일 미국(US)  
(56) 선행기술조사문헌  
US4410473 A  
JP소화57061716 A  
JP2000345017 A  
JP11189925 A  
전체 청구항 수 : 총 29 항

(73) 특허권자  
이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니  
미합중국 델라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시  
마켓 스트리트 1007  
(72) 발명자  
장, 정, 정  
미국 19061 펜실베이니아주 부우쓰원 헌트 미트 레  
인 12  
쿠리안, 조세프, 브이.  
미국 19707 델라웨어주 혹케신 피플즈 웨이 209  
서브라머니, 세카르  
미국 19707 델라웨어주 혹케신 스텔라 드라이브  
425  
(74) 대리인  
장수길, 김영

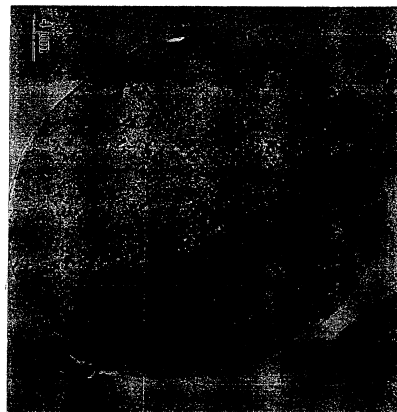
심사관 : 최봉돈

(54) 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 섬유, 그의 제조 및 용도

(57) 요약

본 발명은 폴리스티렌을 포함하는, 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트(multifilament) 사(yarn) 및 모노필라멘트(monofilament)를 제조하는 방법, 및 사 및 이 사로 제조된 직물 및 카펫에 관한 것이다.

대표도 - 도1



## 특허청구의 범위

### 청구항 1

- (a) 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 및 스티렌 중합체 0.1 내지 10중량%(중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로)를 포함하는 중합체 블렌드를 제공하고,
- (b) 중합체 블렌드를 방사하여 분산된 스티렌 중합체를 함유하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 다성분 필라멘트를 형성하고,
- (c) 다성분 필라멘트를, 필라멘트 전체에 걸쳐 분산된 스티렌 중합체를 함유하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 다성분 필라멘트를 포함하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트(multifilament) 사로 가공하는 것
- 을 포함하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사의 제조 방법.

### 청구항 2

삭제

### 청구항 3

삭제

### 청구항 4

삭제

### 청구항 5

- (a) 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 및 스티렌 중합체 0.1 내지 10중량%(중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로)를 포함하는 중합체 블렌드를 제공하고,
- (b) 중합체 블렌드를 방사하여 분산된 스티렌 중합체를 함유하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 모노필라멘트(monofilament)를 형성하고,
- (c) 필라멘트를 필라멘트 전체에 걸쳐 분산된 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 스티렌 중합체를 포함하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 다성분 모노필라멘트로 가공처리하는 것
- 을 포함하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 모노필라멘트의 제조 방법.

### 청구항 6

제1항에 있어서, 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트)가 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)인 방법.

### 청구항 7

제1항에 있어서, 블렌드가 중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로, 폴리(트리메틸렌 아릴레이트) 90 내지 99.9중량% 및 스티렌 중합체 0.1 내지 10중량%를 포함하는 방법.

### 청구항 8

제1항에 있어서, 중합체 블렌드가 중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로, 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 70 내지 99.9중량%, 스티렌 중합체 0.5 내지 5중량% 및 임의로는 다른 폴리에스테르 29.5중량% 이하를 포함하는 방법.

### 청구항 9

제1항에 있어서, 블렌드가 중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로, 스티렌 중합체 2 내지 0.5%를 포함하는 방법.

### 청구항 10

제1항에 있어서, 스티렌 중합체가 폴리스티렌, 알킬 또는 아릴 치환된 폴리스티렌 및 스티렌 다성분 중합체로 이루어진 군에서 선택되는 방법.

#### 청구항 11

제10항에 있어서, 스티렌 중합체가 폴리스티렌,  $\alpha$ -메틸스티렌, p-메톡시스티렌, 비닐톨루엔, 할로스티렌 및 디할로스티렌으로부터 제조된 알킬 또는 아릴 치환된 폴리스티렌, 스티렌-부타디엔 공중합체 및 블렌드, 스티렌-아크릴로니트릴 공중합체 및 블렌드, 스티렌-아크릴로니트릴-부타디엔 삼원공중합체 및 블렌드, 스티렌-부타디엔-스티렌 삼원공중합체 및 블렌드, 스티렌-이소프렌 공중합체, 삼원공중합체 및 블렌드, 이들의 블렌드 및 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 방법.

#### 청구항 12

제11항에 있어서, 스티렌 중합체가 폴리스티렌, 메틸-, 에틸-, 프로필-, 메톡시-, 에톡시-, 프로폭시- 및 클로로-치환된 폴리스티렌, 또는 스티렌-부타디엔 공중합체, 및 이들의 블렌드 및 혼합물로 이루어진 군에서 선택되는 방법.

#### 청구항 13

제1항 및 제5항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 스티렌 중합체가 폴리스티렌,  $\alpha$ -메틸-폴리스티렌, 및 스티렌-부타디엔 공중합체 및 이들의 블렌드로 이루어진 군에서 선택되는 방법.

#### 청구항 14

제1항 및 제5항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 스티렌 중합체가 폴리스티렌인 방법.

#### 청구항 15

제1항 및 제5항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 스티렌 중합체의 수 평균 분자량이 75,000 내지 200,000인 방법.

#### 청구항 16

제1항 및 제6항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 멀티필라멘트 사가 부분 배향된 사이고, 방사가 중합체 블렌드를 3,000m/m 이상의 방사 속도로 방사구를 통해 압출하는 것을 포함하는 방법.

#### 청구항 17

제1항 및 제6항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 멀티필라멘트 사가 0.5 내지 2.5dpf의 필라멘트를 포함하고, 2,500m/m 이상의 방사 속도로 방사되는 방법.

#### 청구항 18

- (a) 제16항의 방법에 의해 부분 배향된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 사의 패키지(package)를 제조하고,
- (b) 패키지로부터 사를 풀고,
- (c) 다성분 필라멘트 사를 연신하여 연신사를 형성하고,
- (d) 연신된 사를 가연 가공(false-twist texturing)하여 가공사(textured yarn)를 형성하고,
- (e) 사를 패키지상에 권취하는 것

을 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 다성분 필라멘트를 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 가공사의 제조 방법.

#### 청구항 19

제1항 및 제6항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 멀티필라멘트 사가 방사 연신된 사이고, 연신 단계가 끝날 때 롤러에서 측정된, 2,000 내지 8,000m/m의 연신 속도로 필라멘트를 연신하는 것을 포함하는 방법.

#### 청구항 20

- (a) 제19항의 방법에 의해 방사 연신된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 사의 패키지를 제조하고,
  - (b) 패키지로부터 사를 풀고,
  - (c) 사를 가연 가공하여 가공사를 형성하고,
  - (d) 가공사를 패키지상에 권취하는 것
- 을 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 다성분 필라멘트를 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 가공사의 제조 방법.

#### 청구항 21

제18항에 있어서, 분산된 스티렌 중합체의 평균 단면 크기가 200nm 미만이고, 스티렌 중합체가 필라멘트 전체에 고도로 분산되어 있는 방법.

#### 청구항 22

3,000m/m 이상의 속도로 방사하고, 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 및 다른 중합체 0.1 내지 10중량%(중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로)를 포함하는 블렌드를 가공처리하여 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사를 형성함을 포함하고, 이때 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사가, 다른 중합체를 함유하지 않으며 2,500m/m의 속도로 방사되고 그 방사 속도에 상응하는 속도로 가공되는 것을 제외하고는 동일한 방식으로 제조된다는 점에서만 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사와 상이한 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사의 신도 및 강인도의 20% 이내의 신도 및 강인도를 갖는 것인, 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사의 제조 방법.

#### 청구항 23

제5항에 있어서, 모노필라멘트가 부분적으로 배향되고, 방사가 중합체 블렌드를 3,000m/m 이상의 방사 속도로 방사구를 통해 압출하는 것을 포함하는 방법.

#### 청구항 24

제5항에 있어서, 모노필라멘트가 0.5 내지 2.5 데니어이고, 2,500m/m 이상의 방사 속도로 방사되는 방법.

#### 청구항 25

제5항에 있어서, 모노필라멘트가 방사 연신된 사이고, 연신 단계가 끝날 때 롤러에서 측정된, 2,000 내지 8,000m/m의 연신 속도로 필라멘트를 연신하는 것을 포함하는 방법.

#### 청구항 26

- (a) 제17항의 방법에 의해 부분 배향된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 사의 패키지를 제조하고,
  - (b) 패키지로부터 사를 풀고,
  - (c) 다성분 필라멘트 사를 연신하여 연신사를 형성하고,
  - (d) 연신된 사를 가연 가공하여 가공사를 형성하고,
  - (e) 사를 패키지상에 권취하는 것
- 을 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 다성분 필라멘트를 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 가공사의 제조 방법.

#### 청구항 27

제1항, 제5항 내지 제12항 및 제23항 내지 제25항 중 어느 한 항에 있어서, 분산된 스티렌 중합체의 평균 단면

크기가 200nm 미만이고, 스티렌 중합체가 필라멘트 전체에 고도로 분산되어 있는 방법.

#### 청구항 28

제18항에 있어서, 멀티필라멘트 사가 방사 연신된 사이고, 연신 단계가 끝날 때 물리에서 측정된, 2,000 내지 8,000m/m의 연신 속도로 필라멘트를 연신하는 것을 포함하는 방법.

#### 청구항 29

(a) 제28항의 방법에 의해 방사 연신된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 사의 패키지를 제조하고,

(b) 패키지에서부터 사를 풀고,

(c) 사를 가연 가공하여 가공사를 형성하고,

(d) 가공사를 패키지상에 권취하는 것

을 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 다성분 필라멘트를 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 가공사의 제조 방법.

#### 청구항 30

제20항에 있어서, 분산된 스티렌 중합체의 평균 단면 크기가 200nm 미만이고, 스티렌 중합체가 필라멘트 전체에 고도로 분산되어 있는 방법.

#### 청구항 31

제26항에 있어서, 분산된 스티렌 중합체의 평균 단면 크기가 200nm 미만이고, 스티렌 중합체가 필라멘트 전체에 고도로 분산되어 있는 방법.

#### 청구항 32

제29항에 있어서, 분산된 스티렌 중합체의 평균 단면 크기가 200nm 미만이고, 스티렌 중합체가 필라멘트 전체에 고도로 분산되어 있는 방법.

### 명세서

#### 기술분야

[0001] 본 발명은 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 섬유의 방사 방법, 생성된 섬유 및 그의 용도에 관한 것이다.

#### 배경기술

[0002] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)("3GT" 또는 "PTT"라고도 부름)는 최근 직물, 바닥재, 포장 및 기타 최종 용도에 사용하기 위한 중합체로서 많은 관심을 받아 왔다. 직물 및 바닥재 섬유는 우수한 물리적 및 화학적 특성을 갖는다.

[0003] 부분 배향된 폴리에스테르 사(yarn) 또는 방사 연신사로부터 제조된 폴리에스테르 가공사(textured yarn), 예를 들어 의복 및 가구류(예컨대, 가구 및 자동차)용 니트 및 직물(예컨대, 전체 직물, 날실 또는 씨실용 사로서, 또는 예를 들어 면, 모, 레이온, 아세테이트, 기타 폴리에스테르, 스판덱스 및(또는) 이들의 혼합물 등과의 블렌드로 둘 이상의 사중 하나로서)과 같은 많은 직물 용도에 사용된다. 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 가공사는 이러한 목적을 위하여 일반적으로 사용된다. US 제6,287,688호에는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 가공사의 제조 및 그의 이점이 기술되어 있다. 생성된 사는 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 사에 비하여 증가된 강인도, 고급스러운 벌크성 및 개선된 촉감을 갖는다. 이 특허에는 2600m/m 이하의 방사 속도의 공정에서 안정한 부분 배향된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사를 제조함이 기술되어 있고, 더 고속으로 방사하는 것이 요구되었다.

[0004] 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 조건을 사용하여 고속으로 안정한 부분 배향된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사를 제조하는 것은 잘 되지 않았다. 방사 후, 부분 배향된 사는 전형적으로 관 또는 패키지(package)상에 권

취된 다음, 사 패키지는 연신 또는 연신-가연(draw-texturing)과 같은 후속 가공 공정에서 공급 사로서 사용하기 위해 보관되거나 판매된다. 부분 배향된 사 패키지는 사 또는 패키지 자체가 사의 노화 또는 사 패키지의 보관 또는 운송중에 초래된 다른 손상으로 인해 손상된다면 후속 연신 또는 연신-가연 공정에서 쓸모없다.

[0005] 안정한 부분 배향된 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 사는 전형적으로 약 3,500야드/분("ypm")(3,200미터/분, "m/m")의 속도로 방사된다. 이들은 전형적으로 매우 빨리 노화하지 않기 때문에, 하류 부분 연신 또는 연신-가연 공정에 여전히 적합하다. 과거에, 이러한 동일한 범위의 방사 속도를 사용하여 안정한 부분 배향된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사를 제조하려는 시도는 실패하였다. 생성된 부분 배향된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사는 시간이 지남에 따라 노화하면서 결정화하기 때문에 약 25%까지 수축하는 것으로 밝혀졌다. 극단적인 경우에, 수축은 관이 사의 수축력에 의해 물리적으로 손상될 정도로 크다. 더 흔한 경우에서, 수축은 부분 배향된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사를 연신 또는 연신-가연 공정에 사용하기에 부적합하게 만든다. 이러한 경우에서, 패키지는 사가 패키지로부터 풀어지면서 쉽게 끊어지게끔 팽팽하게 권취된다.

[0006] 원래 부분 배향된 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 사를 위해 설계된 설비를 사용하여 더 저속으로 부분 배향된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사를 방사하는 것은 비효율적이다. 또한 방사 및 권취 설비는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사를 제조하기 위하여 최근 사용되는 것보다 더 고속으로 운행되도록 계획되기 때문에 문제가 있다.

[0007] 방사 연신사는 또한 가공사를 제조하기 위하여 사용되며, 또한 방사 연신사를 더 고속으로 제조하는 것이 바람직하다.

[0008] 당업자가 저속에서 생산되는 것과 동일하거나 유사한 조건을 사용하여 고속으로 제조된 부분 배향된 방사 연신 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사로부터 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 가공사를 제조할 수 있는 것이 또한 매우 바람직하다. 따라서, 이러한 사는 동일하거나 유사한 신도 및 강인도를 가져야 한다.

[0009] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 필라멘트 및 사는 또한 다른 목적을 위하여 제조되었다. 예를 들어, 대량 연속 필라멘트(bulked continuous filament, "BCF") 사, 그의 제조, 및 바닥재에서의 그의 용도가 US 제 5,645,782호, 제5,662,908호 및 제6,242,091호에 기술되어 있다. 극세 데니어 사는 US 제2001/30377호 및 제 2001/53442호에 기술되어 있고, 직접 용도 사는 US 제2001/33929 A1호에 기술되어 있다. 스테이플 섬유는 WO 제02/22925호 및 WO 제02/22927호에 기술된 바와 같이 멀티필라멘트(multifilament) 사로부터 제조될 수 있다. 이들 사, 및 다른 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사 및 필라멘트를 더 고속으로 방사하는 것이 유리할 수 있다. 따라서, 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사 및 섬유를 더 고속으로 방사하는 능력이 바람직하다. 또한 당업자가 더 저속으로 제조된 사와 동일한 조건하에 생성된 사를 사용할 수 있는 것이 바람직하다.

[0010] 방사 또는 다른 가공 단계에서 이점을 얻기 위하여 다양한 첨가제를 사용하는 것이 다수의 특허에 기술된 바 있다. 예를 들어, US 제4,475,330호에는 본질적으로 (a) 에틸렌 테레프탈레이트, 트리메틸렌 테레프탈레이트 및 테트라메틸렌으로 이루어진 군에서 선택된 둘 이상의 단량체의 공중합체, 및(또는) (b) 에틸렌 테레프탈레이트, 트리메틸렌 테레프탈레이트 및 테트라메틸렌 테레프탈레이트중 둘 이상의 중합체의 블렌드로 이루어진 폴리에스테르 필라멘트로부터 만들어진 폴리에스테르 멀티필라멘트 고도 꼬임사(high twist yarn)가 개시되어 있다. 이 특허에는 이러한 고도 꼬임사를 사용하여 얻어진 직조 또는 편직 크레이프(crepe) 직물이 바람직한 펄블(pebble) 형태를 갖는다고 기술되어 있다. 바람직한 폴리에스테르는 에틸렌 테레프탈레이트 단위 20 내지 90중량%, 및 트리메틸렌 단위 및(또는) 테트라메틸렌 단위 10 내지 80중량%로 이루어진다. 실시예에 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 50중량%, 폴리(테트라메틸렌 테레프탈레이트) 25중량% 및 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 25중량%를 포함하는 블렌드가 제시되어 있다. 또한, 실시예 6에는 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 10 내지 95중량% 및 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 5 내지 90중량%를 포함하는 중합체 블렌드가 기술되어 있다. 이 특허에는 더 고도의 꼬임 경화력을 부여하기 위하여 비정질 중합체, 바람직하게는 스티렌 중합체 또는 메타크릴레이트 중합체 3 내지 15%를 사용함이 기술되어 있다. 실시예 7에는 폴리(에틸렌 테레프탈레이트), 폴리(테트라메틸렌 테레프탈레이트) 및 이들의 블렌드와 함께 폴리스티렌의 사용이 제시되어 있다.

[0011] US 제4,454,196호 및 제4,410,473호에는 본질적으로 필라멘트 군 (I) 및 (II)로 이루어진 폴리에스테르 멀티필라멘트 사가 기술되어 있다. 필라멘트 군 (I)은 폴리(에틸렌 테레프탈레이트), 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리(테트라메틸렌 테레프탈레이트), 및(또는) 이들 폴리에스테르중에서 선택된 2종 이상을 포함하는 블렌드 및(또는) 공중합체의 군에서 선택된 폴리에스테르로 이루어진다. 필라멘트 군 (II)는 (a) 폴리(에틸렌 테레프탈레이트), 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리(테트라메틸렌 테레프탈레이트), 및(또는) 이들 폴리에스테르중에서 선택된 2종 이상을 포함하는 블렌드 및(또는) 공중합체의 군에서 선택된 폴리에스테르, 및 (b)

스티렌형 중합체, 메타크릴레이트형 중합체 및 아크릴레이트형 중합체로 이루어진 군에서 선택된 1종 이상의 중합체 0.4 내지 8중량%로 이루어진 기재로 이루어진다. 필라멘트는 상이한 방사구로부터 압출될 수 있지만, 바람직하게는 동일한 방사구로부터 압출된다. 필라멘트는 블렌딩된 다음 상호결합되도록 인터레이싱(interlacing)된 다음, 연신 또는 연신-가연에 적용되는 것이 바람직하다. 실시예에는 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리메틸메타크릴레이트(실시예 1)로부터의 (II)형 필라멘트, 및 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리스티렌(실시예 3)으로부터의 (II)형 필라멘트, 및 폴리(테트라메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리에틸아크릴레이트(실시예 4)로부터의 (II)형 필라멘트의 제조가 제시되어 있다. 이들 실시예에서 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)는 사용되지 않았다.

[0012] 본원에 참조로 인용된 JP 제56-091013호에는 20 이상의 중합도를 갖는 스티렌 중합체 0.5 내지 10중량%를 함유하는 비연신 폴리에스테르 사가 기술되어 있다. 섬유 신도가 증가된다. 언급된 폴리에스테르는 폴리(에틸렌 테레프탈레이트), 폴리(테트라메틸렌 테레프탈레이트), 폴리시클로헥산 디메틸렌 테레프탈레이트 및 폴리에틸렌-2,6-나프탈렌 디카르복실레이트이다.

[0013] 본원에 참조로 인용된 JP 제11-189925호에는 시이드(sheath) 성분으로서 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 섬유의 총 중량을 기준으로 폴리스티렌계 중합체 0.1 내지 10중량%를 포함하는 중합체 블렌드를 포함하는 시이드-코어(sheath-core)형 섬유의 제조가 기술되어 있다. 이 출원에 따르면, 폴리스티렌과 같은 첨가된 저연화점 중합체를 사용하여 분자 배향을 억제하는 방법은 효과가 없다(JP 제56-091013호 및 다른 특허출원을 참조함). 표면층에 존재하는 저융점 중합체는 때때로 가연(false-twisting)("텍스처링(texturing)"으로도 알려짐)과 같은 처리에 적용될 때 용융을 일으킨다고 기술되어 있다. 언급된 다른 문제로는 흐릿함, 염색 불균일, 블렌드 불균일 및 사 파손이 있다. 이 출원에 따르면, 코어는 폴리스티렌을 함유하고 시이드는 함유하지 않는다. 실시예 1에는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)의 시이드 및 폴리스티렌과 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)의 블렌드의 코어를 가지고 폴리스티렌이 섬유 중량의 총 4.5%인 섬유의 제조가 기술되어 있다.

[0014] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사, 특히 부분 배향된 사, 방사 연신사 및 대량 연속 필라멘트 사의 제조, 및 스테이플 섬유의 제조에서, 필라멘트 및 사 특성의 악화없이 고속 방사 공정을 사용함으로써 생산성을 증가시키는 것이 바람직하다. 또한 저속으로 제조된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사에 사용된 것과 동일하거나 유사한 조건하에 이들 사가 가공사, 직물 및 카페트와 같은 제품을 제조하는데 유용한 것이 바람직하다.

#### [0015] 발명의 요약

[0016] 본 발명은 (a) 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 및 스티렌 중합체 약 0.1 내지 약 10중량%(중합체 블렌드 중 중합체의 중량을 기준으로)를 포함하는 중합체 블렌드를 제공하고, (b) 중합체 블렌드를 방사하여 분산된 스티렌 중합체를 함유하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 다성분 필라멘트를 형성하고, (c) 다성분 필라멘트를 필라멘트 전체에 걸쳐 분산된 스티렌 중합체를 함유하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 다성분 필라멘트를 포함하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사로 가공함을 포함하는, 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사의 제조 방법에 관한 것이다.

[0017] 바람직하게는, 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트)는 폴리(트리메틸렌 아릴레이트) 및 그의 혼합물로 이루어진 군에서 선택되며, 더 바람직하게는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)이다.

[0018] 바람직하게는, 블렌드는 중합체 블렌드 중 중합체의 중량을 기준으로 폴리(트리메틸렌 아릴레이트) 약 90 내지 약 99.9중량% 및 스티렌 중합체 약 0.1 내지 약 10중량%를 포함한다.

[0019] 다른 바람직한 실시양태에서, 중합체 블렌드는 중합체 블렌드 중 중합체의 중량을 기준으로 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 약 70 내지 약 99.9중량%, 스티렌 중합체 약 0.5 내지 약 5중량%, 및 임의로 중합체 블렌드 중 중합체의 중량을 기준으로 다른 폴리에스테르 29.5중량% 이하를 포함한다.

[0020] 가장 바람직하게는, 블렌드는 중합체 블렌드 중 중합체의 중량을 기준으로 스티렌 중합체 약 0.5 내지 약 2%를 포함한다.

[0021] 더 바람직하게는, 블렌드는 중합체 블렌드 중 중합체의 중량을 기준으로 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 약 95 내지 약 99.5% 및 스티렌 중합체 약 0.5 내지 약 2%를 포함한다.

[0022] 바람직하게는, 다성분 필라멘트는 필라멘트 내 중합체의 중량을 기준으로, 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 약 98 내지 약 99.5% 및 스티렌 중합체 약 0.5 내지 약 2%로 이루어진 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 이성분 필라멘트이다.



- [0023] 바람직하게는, 스티렌 중합체는 폴리스티렌, 알킬 또는 아릴 치환된 폴리스티렌 및 스티렌 다성분 중합체로 이루어진 군에서 선택된다.
- [0024] 더 바람직하게는, 스티렌 중합체는 폴리스티렌,  $\alpha$ -메틸스티렌, p-메톡시스티렌, 비닐 톨루엔, 할로스티렌 및 디할로스티렌(바람직하게는 클로로스티렌 및 디클로로스티렌)으로부터 제조된 알킬 또는 아릴 치환된 폴리스티렌, 스티렌-부타디엔 공중합체 및 블렌드, 스티렌-아크릴로니트릴 공중합체 및 블렌드, 스티렌-아크릴로니트릴-부타디엔 삼원공중합체 및 블렌드, 스티렌-부타디엔-스티렌 삼원공중합체 및 블렌드, 스티렌-이소프렌 공중합체, 삼원공중합체 및 블렌드, 및 이들의 블렌드 및 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다. 더욱 더 바람직하게는, 스티렌 중합체는 폴리스티렌, 메틸-, 에틸-, 프로필-, 메톡시-, 에톡시-, 프로폭시- 및 클로로-치환된 폴리스티렌, 또는 스티렌-부타디엔 공중합체, 및 이들의 블렌드 및 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다. 더욱 더 바람직하게는, 스티렌 중합체는 폴리스티렌,  $\alpha$ -메틸-폴리스티렌, 및 이들의 스티렌-부타디엔 공중합체 및 블렌드로 이루어진 군에서 선택된다. 가장 바람직하게는, 스티렌 중합체는 폴리스티렌이다.
- [0025] 바람직하게는, 스티렌 중합체의 수 평균 분자량은 약 50,000 이상, 더 바람직하게는 약 75,000 이상, 더욱 더 바람직하게는 약 100,000 이상, 가장 바람직하게는 약 120,000 이상이다. 스티렌 중합체의 수 평균 분자량은 바람직하게는 약 300,000 이하, 더 바람직하게는 약 200,000 이하이다.
- [0026] 바람직한 실시양태에서, 블렌드는 헥사메틸렌 디아민, 폴리아미드, 윤뎀기제(delusterant), 핵형성제, 열안정제, 증점제, 형광증백제, 안료 및 산화방지제로 이루어진 군에서 선택되는 1종 이상을 포함하지만, 임의의 이들 항목 없이도 제조될 수 있다.
- [0027] 하나의 바람직한 실시양태에서, 멀티필라멘트 사는 부분 배향된 사이다. 바람직하게는, 방사는 중합체 블렌드를 약 3,000m/m 이상의 방사 속도로 방사구를 통해 압출함을 포함한다. 다른 바람직한 실시양태에서, 멀티필라멘트 사는 약 0.5 내지 약 2.5dpf의 필라멘트를 포함하고, 약 2,500m/m 이상의 방사 속도로 방사된다. 바람직하게는, 이들 공정은 필라멘트의 인터레이싱 및 권취를 포함한다. 부분 배향된 사는 가공사를 제조하는데 사용될 수 있다. 하나의 바람직한 실시양태에서, 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 다성분 필라멘트를 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 가공사를 제조하기 위하여 (a) 부분 배향된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 사의 패키지를 제조하고, (b) 패키지로부터 사를 풀고, (c) 다성분 필라멘트 사를 연신하여 연신사를 형성하고, (d) 연신된 사를 가연 가공하여 가공사를 형성하고, (e) 사를 패키지상에 권취함을 포함한다.
- [0028] 다른 바람직한 실시양태에서, 멀티필라멘트 사는 방사 연신사이고, 그 가공은 연신 단계의 끝에 물러에서 측정하였을 때 약 2,000 내지 약 8,000미터/분("m/m")의 연신 속도로 필라멘트를 연신함을 포함한다. 바람직하게는, 다성분 필라멘트를 방사 연신 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 사로 가공하는 것은 필라멘트의 연신, 어닐링(annealing), 인터레이싱 및 권취를 포함한다. 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 다성분 필라멘트를 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 가공사를 제조하기에 바람직한 하나의 방법은 (a) 방사 연신 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 사의 패키지를 제조하고, (b) 패키지로부터 사를 풀고, (c) 사를 가연 가공하여 가공사를 형성하고, (d) 가공사를 패키지상에 권취함을 포함한다.
- [0029] 또 다른 바람직한 실시양태에서, 멀티필라멘트 사는 대량 연속 필라멘트 사이다. 바람직하게는, 이 실시양태에서 가공은 필라멘트의 연신, 어닐링, 체적 팽창, 얹힘(체적 팽창과 동시에 한 단계로 또는 후속 별개의 단계로 수행될 수 있음), 임의로는 이완, 및 권취를 포함한다.
- [0030] 다른 바람직한 실시양태는 멀티필라멘트 사를 스테이플 섬유로 절단함을 추가로 포함하는 방법에 관한 것이다.
- [0031] 바람직하게는, 분산된 스티렌 중합체는 평균 단면 크기가 약 1,000nm 미만, 더 바람직하게는 약 500nm 미만, 더욱 더 바람직하게는 약 200nm 미만, 가장 바람직하게는 약 100nm 미만이다.
- [0032] 바람직하게는, 스티렌 중합체는 필라멘트 전체에 걸쳐 고도로 분산되어 있다.
- [0033] 바람직하게는, 스티렌 중합체는 필라멘트 전체에 걸쳐 실질적으로 불균일하게 분산되어 있다.
- [0034] 본 발명은 또한 다성분 필라멘트 전체에 걸쳐 분산된 스티렌 중합체를 함유하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 다성분 필라멘트를 포함하는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사, 및 이 사로부터 제조된 직물(예컨대, 부직물, 직물 또는 편직물) 및 카펫에 관한 것이다.
- [0035] 본 발명은 또한 (a) 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 및 스티렌 중합체 약 0.1 내지 약 10중량%(중합체 블렌드 중 중합체의 중량을 기준으로)를 포함하는 중합체 블렌드를 제공하고, (b) 중합체 블렌드를 방사하여 분산된



스티렌 중합체를 함유하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 모노필라멘트(monofilament)를 형성하고, (c) 이 필라멘트를 전체에 걸쳐 분산된 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 스티렌 중합체를 포함하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 다성분 모노필라멘트로 가공함을 포함하는 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 모노필라멘트의 제조 방법에 관한 것이다.

[0036] 본 발명은 저속으로 제조된 사에 사용된 것과 유사한 조건하에 후속 가공 공정에 사용될 수 있는 필라멘트의 제조를 가능하게 한다. 따라서, 본 발명은 3,000m/m 이상의 속도로 방사하고, 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 및 다른 중합체 약 0.1 내지 약 10중량%(중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로)를 포함하는 블렌드를 가공하여 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사를 형성함을 포함하고, 이때 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사가, 다른 중합체를 함유하지 않으며 2,500m/m의 속도로 방사되고 그 방사 속도에 상응하는 속도로 가공되는 것을 제외하고는 동일한 방식으로 제조된다는 점에서만 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사와 상이한 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사의 신도 및 강인도의 20% 이내의 신도 및 강인도를 갖는, 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 멀티필라멘트 사의 제조 방법에 관한 것이다. 바람직하게는, 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트)는 폴리(트리메틸렌 아탈레이트)류 중에서 선택되며, 더 바람직하게는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)이다. 바람직하게는, 사는 바람직하게는 본원에 기술된 바와 같이 방사된 부분 배향된 사이다. 본 발명은 또한 이러한 결과물을 가지고 제조된 다른 유형의 전술된 사(예컨대, 방사 연신사 및 대량 연속 필라멘트 사)에 관한 것이다.

[0037] 다른 바람직한 실시양태는 이하에 기술된다.

[0038] 본 발명에 의하면 당업자는 고속 방사 속도 공정을 사용함으로써 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사, 특히 부분 배향된 사, 방사 연신사, 대량 연속 필라멘트 사 및 스티플 섬유 제조의 생산성을 증가시킬 수 있다. 놀랍게도, 생성된 사는 저속으로 제조된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사에 사용된 것과 동일하거나 유사한 조건하에 가공사, 직물 및 카펫과 같은 제품의 제조에 유용하다. 또한, 스티렌 중합체가 전체에 걸쳐 불균일하게 분산된 다성분 필라멘트가 고속으로 제조 및 사용될 수 있고, 안정하고, 우수한 물리적 특성을 가지며, 균일하게 염색될 수 있는 것으로 나타났다. 그밖의 결과는 이하에 기술된다.

### 발명의 상세한 설명

[0041] 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 사, 특히 부분 배향된 사를 고속의 방사 속도로 제조하는 방법이 개발되었다. 본 발명의 이점은 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 및 스티렌 중합체를 포함하는 블렌드를 사용하여 얻어진다.

[0042] 바람직한 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트)는 폴리(트리메틸렌 아탈레이트)이다. 예는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트), 폴리(트리메틸렌 나프탈레이트), 폴리(트리메틸렌 이소프탈레이트)이다. 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)가 가장 바람직하고, 편의상 본 명세서에서는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)를 언급하는데, 이로부터 당업자는 본 발명을 다른 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트)에 어떻게 적용하는지를 쉽게 인지할 것이다.

[0043] 반대되는 지시가 없으면, "폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)"("3GT" 또는 "PTT")에 대한 언급은 트리메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위 70몰% 이상을 함유하는 단독중합체 및 공중합체, 및 단독중합체 또는 코폴리에스테르 70몰% 이상을 함유하는 중합체 블렌드를 포함할 것이다. 바람직한 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)는 트리메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 85몰% 이상, 더 바람직하게는 90몰% 이상, 더욱 더 바람직하게는 95몰% 이상 또는 98몰% 이상, 가장 바람직하게는 약 100몰%로 함유한다.

[0044] 공중합체의 예로는 각각 2개의 에스테르 형성기를 갖는 3종 이상의 반응물을 사용하여 만들어진 코폴리에스테르가 있다. 예를 들어, 코폴리에스테르를 제조하는데 사용된 공단량체가 탄소수 4 내지 12의 선형, 환상 및 분지형 지방족 디카르복산(예를 들어, 부탄이산, 펜탄이산, 헥산이산, 도데칸이산 및 1,4-시클로-헥산디카르복산); 탄소수 8 내지 12의, 테레프탈산이 아닌 방향족 디카르복산(예를 들어 이소프탈산 및 2,6-나프탈렌디카르복산); 탄소수 2 내지 8의 선형, 환상 및 분지형 지방족 디올(1,3-프로판디올 제외, 예를 들어 에탄디올, 1,2-프로판디올, 1,4-부탄디올, 3-메틸-1,5-펜탄디올, 2,2-디메틸-1,3-프로판디올, 2-메틸-1,3-프로판디올 및 1,4-시클로헥산디올); 탄소수 4 내지 10의 지방족 및 방향족 에테르 글리콜(예를 들어, 히드록시 비스(2-히드록시에틸) 에테르, 또는 디에틸렌에테르 글리콜을 포함한, 분자량 약 460 미만의 폴리(에틸렌 에테르) 글리콜)로 이루어진 군에서 선택된다. 공단량체는 전형적으로 코폴리에스테르내에 약 0.5 내지 약 15몰%의 수준으로 존재하고, 30몰% 이하의 양으로 존재할 수 있다.

[0045] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)는 소량의 다른 공단량체를 함유할 수 있으며, 이러한 공단량체는 일반적으로

특성에 유의적인 불리한 영향을 주지 않도록 선택된다. 이러한 다른 공단량체로는, 예를 들어 약 0.2 내지 5몰%의 수준의 5-나트륨-술포이소프탈레이트가 있다. 매우 소량의 3관능성 공단량체, 예를 들어 트리멜리트산이 점도 조절을 위하여 도입될 수 있다.

[0046] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)는 30몰% 이하의 다른 중합체와 배합될 수 있다. 예는 전술된 바와 같은 다른 디올로부터 제조된 폴리에스테르이다. 바람직한 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 중합체를 85몰% 이상, 더 바람직하게는 90몰% 이상, 더욱 더 바람직하게는 95몰% 이상 또는 98몰% 이상, 가장 바람직하게는 약 100몰%로 함유한다.

[0047] 본 발명의 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)의 고유 점도는 약 0.70dl/g 이상, 바람직하게는 약 0.80dl/g 이상, 더 바람직하게는 약 0.90dl/g 이상, 가장 바람직하게는 약 1.0dl/g 이상이다. 본 발명의 폴리에스테르 조성물의 고유 점도는 바람직하게는 약 2.0dl/g 이하, 더 바람직하게는 1.5dl/g 이하, 가장 바람직하게는 약 1.2dl/g 이하이다.

[0048] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)의 수 평균 분자량(Mn)은 바람직하게는 약 10,000 이상, 더 바람직하게는 약 20,000 이상이고, 바람직하게는 약 40,000 이하, 더 바람직하게는 약 25,000 이하이다. 바람직한 Mn은 사용된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 블랜드중에 존재하는 임의의 첨가제 또는 변경제, 및 스티렌 중합체의 특성에 의존한다.

[0049] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)를 제조하기에 바람직한 제조 기법은 US 제5,015,789호, 제5,276,201호, 제5,284,979호, 제5,334,778호, 제5,364,984호, 제5,364,987호, 제5,391,263호, 제5,434,239호, 제5,510,454호, 제5,504,122호, 제5,532,333호, 제5,532,404호, 제5,540,868호, 제5,633,018호, 제5,633,362호, 제5,677,415호 제5,686,276호, 제5,710,315호, 제5,714,262호, 제5,730,913호, 제5,763,104호, 제5,774,074호, 제5,786,443호, 제5,811,496호, 제5,821,092호, 제5,830,982호, 제5,840,957호, 제5,856,423호, 제5,962,745호, 제5,990,265호, 제6,235,948호, 제6,245,844호, 제6,255,442호, 제6,277,289호, 제6,281,325호, 제6,312,805호, 제6,325,945호, 제6,331,264호, 제6,335,421호, 제6,350,895호 및 제6,353,062호, US 제2002/0132962 A1호, EP 제998,440호, WO 제00/14041호 및 제98/57913호, 트라우(H. L. Traub)의 문헌["Synthese und textilchemische Eigenschaften des Poly-Trimethyleneterephthalats", Dissertation Universitat Stuttgart(1994)] 및 샤우호프(S. Schauhoff)의 문헌["New Developments in the Production of Poly(trimethylene terephthalate)(PTT)", Man-Made Fiber Year Book(September 1996)]에 기술되어 있다. 본 발명의 폴리에스테르로서 유용한 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)는 미국 델라웨어주 월밍톤 소재의 이 아이 듀폰 드 네무와 앤 캄파니(E. I. du Pont de Nemours and Company)로부터 상표명 소로나(Sorona)로 시중에서 입수가능하다.

[0050] "스티렌 중합체"란 폴리스티렌 및 그의 유도체를 뜻한다. 바람직하게는 스티렌 중합체는 폴리스티렌, 알킬 또는 아릴 치환된 폴리스티렌 및 스티렌 다성분 중합체로 이루어진 군에서 선택된다. 이때, "다성분"이란 공중합체, 삼원공중합체, 사원공중합체 등 및 블랜드를 포함한다.

[0051] 더 바람직하게는, 스티렌 중합체는 폴리스티렌,  $\alpha$ -메틸스티렌, p-메톡시스티렌, 비닐톨루엔, 할로스티렌 및 디할로스티렌(바람직하게는 클로로스티렌 및 디클로로스티렌)으로부터 제조된 알킬 또는 아릴 치환된 폴리스티렌, 스티렌-부타디엔 공중합체 및 블랜드, 스티렌-아크릴로니트릴 공중합체 및 블랜드, 스티렌-아크릴로니트릴-부타디엔 삼원공중합체 및 블랜드, 스티렌-부타디엔-스티렌 삼원공중합체 및 블랜드, 스티렌-이소프렌 공중합체, 삼원공중합체 및 블랜드, 및 이들의 블랜드 및 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다. 더욱 더 바람직하게는, 스티렌 중합체는 폴리스티렌, 메틸-, 에틸-, 프로필-, 메톡시-, 에톡시-, 프로폭시- 및 클로로-치환된 폴리스티렌, 또는 스티렌-부타디엔 공중합체, 및 이들의 블랜드 및 혼합물로 이루어진 군에서 선택된다. 더욱 더 바람직하게는, 스티렌 중합체는 폴리스티렌,  $\alpha$ -메틸-폴리스티렌, 및 스티렌-부타디엔 공중합체 및 이들의 블랜드로 이루어진 군에서 선택된다. 가장 바람직하게는, 스티렌 중합체는 폴리스티렌이다.

[0052] 스티렌 중합체의 수 평균 분자량은 약 5,000 이상, 바람직하게는 50,000 이상, 더 바람직하게는 약 75,000 이상, 더욱 더 바람직하게는 약 100,000 이상, 가장 바람직하게는 약 120,000 이상이다. 스티렌 중합체의 수 평균 분자량은 바람직하게는 약 300,000 이하, 더 바람직하게는 약 200,000 이하, 가장 바람직하게는 약 150,000 이하이다.

[0053] 유용한 폴리스티렌은 동일 배열, 혼성 배열 또는 규칙 배열일 수 있고, 고분자량 폴리스티렌 혼성 배열이 바람직하다. 본 발명에 유용한 스티렌 중합체는 다우 케미칼 캄파니(Dow Chemical Co.)(미국 미시간주 미들랜드 소

제), BASF(미국 뉴저지주 마운트 올리브 소재) 및 시그마-알드리히(Sigma-Aldrich)(미국 미주리주 세인트 루이스 소재)를 포함한 다수의 공급자로부터 시중에서 입수가 가능하다.

[0054] 바람직하게는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 스티렌 중합체는 용융 배합된 다음, 압출되고 펠렛으로 절단된다. ("펠렛"은 이와 관련하여 통칭적으로 사용되며, 때때로 "조각", "박편" 등으로 불리는 생성물을 포함하는데 사용하기 위하여 모양에 상관없이 사용된다.) 그 다음, 펠렛은 재용융되고 필라멘트로 압출된다. "혼합물"이란 용어는 재용융 전의 펠렛을 언급하는데 사용되고, "블렌드"란 용어는 일단 이들이 재용융되면 이들을 언급하는데 사용된다. 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트), 스티렌 중합체 및 본원에 기술된 다른 항목의 상대 중량의 논의의 고려할 때, 혼합물 및 블렌드 모두에 동일한 비율이 적용되지만, 필라멘트의 다양한 제조 방법은 혼합물 또는 블렌드에 첨가되는 항목을 수반할 수 있으므로 일부 설비에서 중량 비율은 변할 수 있으나, 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트):스티렌 중합체의 비는 여전히 동일해야 함을 쉽게 알 것이다. 편의상, 재용융 전의 혼합물을 특별히 언급할 경우를 제외하고는 블렌드중 중합체의 양에 대하여 언급될 것이다.

[0055] 중합체 블렌드는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 스티렌 중합체를 포함한다. 일부 경우에서 이들은 블렌드중 오직 두 항목일 것이며, 이들은 총 100중량%일 것이다. 그러나, 많은 경우에서 블렌드는 다른 중합체, 첨가제 등과 같은 기타 성분을 가질 것이며, 따라서 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리스티렌의 함은 100중량%가 아닐 것이다.

[0056] 중합체 블렌드는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)를 (중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로) 바람직하게는 약 70% 이상, 더 바람직하게는 약 80% 이상, 더욱 더 바람직하게는 85% 이상, 더 바람직하게는 약 90% 이상, 가장 바람직하게는 약 95% 이상, 일부 경우에 더욱 더 바람직하게는 98% 이상으로 포함한다. 블렌드는 바람직하게는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)를 약 99.9% 이하로 함유한다.

[0057] 중합체 블렌드는 바람직하게는 중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로 스티렌 중합체를 약 0.1% 이상, 더 바람직하게는 약 0.5% 이상으로 포함한다. 블렌드는 바람직하게는 중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로 스티렌 중합체를 약 10% 이하, 더 바람직하게는 약 5% 이하, 더욱 더 바람직하게는 약 2% 이하, 가장 바람직하게는 약 1.5% 이하로 포함한다. 많은 경우에서, 중합체 블렌드중 중합체의 중량을 기준으로 스티렌 중합체 약 0.8% 내지 약 1%가 바람직하다. 스티렌 중합체에 대한 언급은 둘 이상의 스티렌 중합체가 사용될 수 있지만 하나 이상의 스티렌 중합체를 뜻하고, 언급된 양은 중합체 블렌드에 사용된 스티렌 중합체(들)의 총량을 표시한다.

[0058] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)는 산-염색성 폴리에스테르 조성물일 수 있다. 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)는 산 염색성 및 산 염색된 폴리에스테르 조성물의 산-염색성을 촉진하기에 효과적인 양의 2급 아민 또는 2급 아민 염을 포함할 수 있다. 바람직하게는, 2급 아민 단위는 중합체 조성물에 약 0.5몰% 이상, 더 바람직하게는 1몰% 이상의 양으로 존재한다. 2급 아민은 중합체 조성물에 조성물의 중량을 기준으로 바람직하게는 약 15몰% 이하, 더 바람직하게는 약 10몰% 이하, 가장 바람직하게는 5몰% 이하의 양으로 존재한다. 산-염색성 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 조성물은 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 3급 아민을 기계로 한 중합체성 첨가제를 포함할 수 있다. 중합체성 첨가제는 (i) 2급 아민 또는 2급 아민 염 단위(들)를 함유하는 트리아민 및 (ii) 하나 이상의 다른 단량체 및(또는) 중합체 단위로부터 제조된다. 하나의 바람직한 중합체성 첨가제는 폴리-이미노-비스알킬렌-테레프탈아미드, -이소프탈아미드 및 -1,6-나프탈아미드, 및 이들의 염으로 이루어진 군에서 선택된 폴리아미드를 포함한다. 본 발명에서 유용한 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)는 미국 특허 제 6,312,805호에서 기술된 것과 같은 양이온 염색성 또는 염색된 조성물, 및 염색된 또는 염료-함유 조성물일 수 있다.

[0059] 강인도를 증진시키거나, 압출후 가공을 촉진하거나 또는 다른 이점을 제공하기 위하여, 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트), 스티렌 중합체, 중합체 블렌드 등에 다른 중합체성 첨가제가 첨가될 수 있다. 예를 들어, 핵사메틸렌 디아민을 약 0.5 내지 약 5몰%의 소량으로 첨가하여 본 발명의 산 염색성 폴리에스테르 조성물에 강인도 및 가공성을 부가할 수 있다. 나일론 6 또는 나일론 6-6과 같은 폴리아미드는 약 0.5 내지 약 5몰%의 소량으로 첨가되어 본 발명의 산-염색성 폴리에스테르 조성물에 강인도 및 가공성을 부가할 수 있다. US 제6,245,844호에 기술된 바와 같이 핵형성제로서, 모노나트륨 테레프탈레이트, 모노나트륨 나프탈렌 디카르복실레이트 및 모노나트륨 이소프탈레이트로 이루어진 군에서 선택된, 바람직하게는 0.005 내지 2중량%의 디카르복실산의 모노나트륨 염이 첨가될 수 있다.

[0060] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트), 스티렌 중합체, 혼합물 또는 블렌드 등은, 경우에 따라, 첨가제, 예컨대 윤배기제, 핵형성제, 열안정제, 증점제, 형광증백제, 안료 및 산화방지제를 함유할 수 있다. 폴리(트리메틸렌 테

테프탈레이트), 블렌드, 또는 섬유 제조에  $\text{TiO}_2$  또는 다른 안료가 첨가될 수 있다. (예컨대, US 제3,671,379호, 제5,798,433호 및 제5,340,909호, EP 제699,700호, 제847,960호, 및 WO 제00/26301호를 참조한다.)

[0061] 물리적 블렌드 및 용융 블렌드를 포함한 중합체 블렌드는 임의의 공지된 기법에 의해 제공될 수 있다. 바람직하게는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 스티렌 중합체는 용융 블렌딩되고 배합된다. 더 구체적으로, 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 스티렌 중합체는 블렌드를 형성하기에 충분한 온도에서 혼합되고 가열되고, 냉각되면 블렌드는 펠렛과 같은 성형품으로 성형된다. 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리스티렌은 다수의 상이한 방식으로 블렌드로 성형될 수 있다. 예를 들어, 이들은 (a) 동시에 가열 및 혼합될 수 있거나, (b) 가열 전에 별개의 장치에서 미리 혼합되거나 또는 (c) 가열된 다음 혼합될 수 있다. 예로서, 중합체 블렌드는 이송선 사출에 의해 제조될 수 있다. 혼합, 가열 및 성형은 이 목적을 위하여 설계된 통상의 설비(예: 압출기, 밴버리(Banbury) 혼합기 등)에 의해 수행될 수 있다. 온도는 각 성분의 용점보다 높고 최저 분해점보다 낮아야 하며, 따라서 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리스티렌의 임의의 특정 조성물에 맞게 조절되어야 한다. 온도는 본 발명의 특정 폴리스티렌 조성물에 따라 전형적으로 약  $200^\circ\text{C}$  내지 약  $270^\circ\text{C}$ , 가장 바람직하게는 약  $250^\circ\text{C}$  이상, 바람직하게는 약  $260^\circ\text{C}$  이하이다.

[0062] "다성분 필라멘트"란, 하나는 연속상을 형성하고 다른 하나는 섬유 전체에 걸쳐 분산된 하나 이상의 불연속상인 둘 이상의 중합체로부터 형성된 필라멘트를 뜻하고, 이때 둘 이상의 중합체는 동일한 압출기로부터 블렌드로서 압출된다. 스티렌 중합체(들)는 불연속상을 형성하며, 필라멘트 전체에 걸쳐 고도로 분산되어 있다. 스티렌 중합체는 섬유 전체에 걸쳐 실질적으로 불균일하게 분산되어 있다. "이성분"이란 유일한 중합체상이 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 스티렌 중합체인 경우를 가리키는데 사용된다. 이 정의에서 이성분 및 다성분 섬유, 예를 들어 상이한 두 유형의 중합체 또는 각각의 영역에 상이한 특징을 갖는 동일한 두 중합체로 만들어진 시이드-코어형 또는 병렬형 섬유는 특히 제외된다. 이 정의는 섬유에 분산된 다른 중합체, 및 존재하는 첨가제 및 성분은 제외하지 않는다.

[0063] 스티렌 중합체는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 중합체 매트릭스 전체에 걸쳐 고도로 분산되어 있다. 바람직하게는, 분산된 스티렌 중합체는 약  $1,000\text{nm}$  미만, 더 바람직하게는 약  $500\text{nm}$  미만, 더욱 더 바람직하게는 약  $200\text{nm}$  미만, 가장 바람직하게는 약  $100\text{nm}$  미만의 평균 단면 크기를 가지고, 단면은 약  $1\text{nm}$  정도로 작을 수 있다. "단면 크기"란, 도 1에 도시된 바와 같이, 필라멘트의 방사상 상으로부터 측정하였을 때의 크기를 언급한다.

[0064] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)의 부분 배향된 사는 US 제6,287,688호 및 제6,333,106호, 및 US 제2001/30378 A1호에 기술되어 있으며, 이들 모두는 본원에 참조로 인용된다. 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 필라멘트의 방사, 인터레이싱 및 풀기를 포함한, 부분 배향된 사를 제조하는 기본 단계가 기술되어 있다. 본 발명은 이들 단계 또는 부분 배향된 폴리에스테르 사를 제조하는데 통상적으로 사용되는 다른 단계를 사용하여 실시될 수 있지만, 공정을 더 고속으로 수행하는 이점을 제공한다.

[0065] 바람직하게는, 방사하기 전에 블렌드를 각각의 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 스티렌 중합체의 용점 이상으로 가열하고, 블렌드를 약  $235$  내지 약  $295^\circ\text{C}$ , 바람직하게는 약  $250^\circ\text{C}$  이상, 바람직하게는 약  $290^\circ\text{C}$  이하, 가장 바람직하게는 약  $270^\circ\text{C}$  이하의 온도에서 방사구를 통해 압출한다. 낮은 체류 시간과 함께 더 높은 온도가 유용하다.

[0066] 부분 배향된 사는 멀티필라멘트 사이다. 사("번들(bundle)"로도 알려짐)는 바람직하게는 약 10개 이상, 더욱 더 바람직하게는 약 25개 이상의 필라멘트를 포함하고, 전형적으로는 약 150개 이하, 바람직하게는 약 100개 이하, 더 바람직하게는 약 80개 이하의 필라멘트를 함유할 수 있다. 34, 48, 68 또는 72개의 필라멘트를 함유하는 사가 일반적이다. 사는 전형적으로 총 데니어가 약 5 이상, 바람직하게는 약 20 이상, 바람직하게는 약 50 이상, 약 1,500 이하, 바람직하게는 약 250 이하이다.

[0067] 필라멘트는 바람직하게는 약  $0.5\text{dpf}$  이상, 더 바람직하게는 약  $1\text{dpf}$  이상이고, 약  $10\text{dpf}$  이하, 더 바람직하게는 약  $7\text{dpf}$  이하이다. 전형적인 필라멘트는 약 3 내지  $7\text{dpf}$ 이고, 극세 필라멘트는 약 0.5 내지 약  $2.5\text{dpf}$ 이다.

[0068] 방사 속도는 약 1,800 내지 약 8,000미터/분("m/m") 이상으로 실행될 수 있고, 바람직하게는 약  $2,000\text{m/m}$  이상, 더 바람직하게는 약  $2,500\text{m/m}$  이상, 가장 바람직하게는 약  $3,000\text{m/m}$  이상이다. 본 발명의 하나의 이점은 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)의 부분 배향된 사를 폴리(에틸렌 테레프탈레이트)의 부분 배향된 사를 방사하기 위해 이전에 사용된 설비에서 방사할 수 있어서, 방사 속도가 바람직하게는 약  $4,000\text{m/m}$  이하, 더 바람직하게는



약 3,500m/m 이하라는 것이다. 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)의 부분 배향된 사를 방사하는데 빈번하게 사용되는 약 3,200m/m의 방사 속도가 바람직하다.

- [0069] 본 발명은 전형적인 3 내지 7dpf의 필라멘트에 대하여 주로 논의된다. 극세 필라멘트의 경우 방사 속도는 더 낮다. 예를 들어, 극세 필라멘트의 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 멀티필라멘트 사는 현재 2,000m/m 미만으로 방사되지만, 본 발명의 경우 이들은 더 고속, 예를 들어 약 2,500m/m 이상으로 방사될 수 있다.
- [0070] 부분 배향된 사는 일반적으로 패키지상에 권취되며, 직물을 제조하거나 또는 다른 유형의 사(예: 가공사)로 더 가공하기 위하여 사용될 수 있다. 이들은 또한 직물을 제조하거나 또는 더 가공하기 전에 강통에 보관될 수 있거나, 또는 패키지 또는 다른 저장소를 형성하지 않고 직접 사용될 수 있다.
- [0071] "완전 연신사"로도 알려진 방사 연신사도 또한 본 발명을 사용하여 유리하게 제조될 수 있다. 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 필라멘트의 방사, 연신, 임의로 또한 바람직하게는 어닐링, 임의로 인터레이싱, 및 권취를 포함한, 방사 연신사를 제조하는 바람직한 단계는 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 사를 제조하기 위해 사용된 것과 유사하다.
- [0072] 본 발명의 하나의 이점은 본 발명의 중합체가 사용되지 않은 경우보다 빠른 속도에서 공정이 수행될 수 있다는 것이다.
- [0073] 본 발명의 다른 이점은 방사 연신사가 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 자체의 경우에서보다 큰 연신비를 사용하여 제조될 수 있다는 것이다. 이는 정상적인 경우보다 느린 방사 속도를 사용한 다음, 이전에 사용된 속도로 연신함으로써 이루어질 수 있다. 이 공정을 수행할 경우, 이전에 겪은 것보다 중단이 적다.
- [0074] 바람직하게는, 방사하기 전에 블렌드를 각각의 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 스티렌 중합체의 융점보다 높은 온도로 가열하고, 블렌드를 약 235 내지 약 295℃, 바람직하게는 약 250℃ 이상, 바람직하게는 약 290℃ 이하, 가장 바람직하게는 약 270℃ 이하의 온도에서 방사구를 통해 압출한다. 낮은 체류 시간과 함께 더 높은 온도가 유용하다.
- [0075] 이들 사는 또한 멀티필라멘트 사이다. 사("번들"로도 알려짐)는 바람직하게는 약 10개 이상, 더욱 더 바람직하게는 약 25개 이상의 필라멘트를 포함하고, 전형적으로는 약 150개 이하, 바람직하게는 약 100개 이하, 더 바람직하게는 약 80개 이하의 필라멘트를 함유할 수 있다. 34, 48, 68 또는 72개의 필라멘트를 함유하는 사가 일반적이다. 사는 전형적으로 총 테니어가 약 5 이상, 바람직하게는 약 20 이상, 바람직하게는 약 50 이상이고, 약 1,500 이하, 바람직하게는 약 250 이하이다.
- [0076] 필라멘트는 바람직하게는 약 0.1dpf 이상, 더 바람직하게는 약 0.5dpf 이상, 더 바람직하게는 약 0.8dpf 이상이고, 약 10dpf 이하, 더 바람직하게는 약 5dpf 이하, 가장 바람직하게는 약 3dpf 이하이다.
- [0077] 연신비는 1.01 이상, 바람직하게는 약 1.2 이상, 더 바람직하게는 약 1.3 이상이다. 연신비는 바람직하게는 약 5 이하, 더 바람직하게는 약 3 이하, 가장 바람직하게는 약 2.5 이하이다.
- [0078] 연신 속도(연신 단계가 끝날 때 롤러에서 측정됨)는 약 2,000m/m 이상에서 실행될 수 있고, 바람직하게는 약 3,000m/m 이상, 더 바람직하게는 약 3,200m/m 이상이고, 바람직하게는 약 8,000m/m 이하, 더 바람직하게는 약 7,000m/m 이하이다.
- [0079] 방사 연신사는 일반적으로 패키지상에 권취되고, 직물을 제조하거나 또는 가공사와 같은 다른 유형의 사로 더 가공하는데 사용될 수 있다.
- [0080] 가공사는 부분 배향된 사 또는 방사 연신사로부터 제조될 수 있다. 주된 차이점은 부분 배향된 사는 일반적으로 연신을 필요로 하지만 방사 연신사는 이미 연신되어 있다는 것이다.
- [0081] US 제6,287,688호 및 제6,333,106호, 및 US 제2001/30378 A1호에는 부분 배향된 사로부터 가공사를 제조하는 기본 단계가 기술되어 있다. 본 발명은 이들 단계 또는 부분 배향된 폴리에스테르 사를 제조하는데 통상적으로 사용되는 다른 단계를 사용하여 실시될 수 있다. 기본 단계는 패키지로부터 사를 풀고, 연신하고, 꼬고, 열경화하고, 꼬임을 풀고, 패키지상에 권취함을 포함한다. 텍스처링은 가연 텍스처링과 같은 일반적으로 공지된 공정에 의해 꼬임, 열경화 및 꼬임 해제에 의해 주름을 제공한다. 가연 텍스처링은 지나친 사 및 필라멘트 파손을 피하도록 조심스럽게 조절된다.
- [0082] US 제6,287,688호 및 제6,333,106호, 및 US 제2001/30378 A1호에 기술된 마찰 가연에 바람직한 방법은 부분 배향된 사를 140℃ 내지 220℃의 온도로 가열하고, 꼬임 삽입 장치를 사용하여 꼬임 삽입 장치와 가열기 입구 사

이의 영역에서 사가 약 46° 내지 52°의 꼬임각을 가지도록 사를 꼬고, 사를 권취기상에 권취함을 포함한다.

- [0083] 방사 연신사로부터 제조할 때, 방법은 연신이 매우 낮은 수준으로 감소됨을 제외하고는 동일하다(예컨대, 연신비는 1.01로 낮을 수 있음).
- [0084] 이러한 멀티필라멘트 사("번들"로도 알려짐)는 부분 배향된 사 및 이들이 제조되는 방사 연신사와 같은 수의 필라멘트를 포함한다. 따라서, 이들은 바람직하게는 약 10개 이상, 더욱 더 바람직하게는 약 25개 이상의 필라멘트를 포함하고, 전형적으로 약 150개 이하, 바람직하게는 약 100개 이하, 더 바람직하게는 약 80개 이하의 필라멘트를 함유할 수 있다. 사는 전형적으로 총 데니어가 약 1 이상, 더 바람직하게는 약 20 이상, 바람직하게는 약 50 이상이고, 약 1,500 이하, 바람직하게는 약 250 이하이다.
- [0085] 필라멘트는 바람직하게는 약 0.1dpf 이상, 더 바람직하게는 약 0.5dpf 이상, 더 바람직하게는 약 0.8dpf 이상이고, 약 10dpf 이하, 더 바람직하게는 약 5dpf 이하, 가장 바람직하게는 약 3dpf 이하이다.
- [0086] 부분 배향된 사로부터 제조할 때, 연신비는 1.01 이상, 바람직하게는 약 1.2 이상, 더 바람직하게는 약 1.3 이상이다. 연신비는 바람직하게는 약 5 이하, 더 바람직하게는 약 3 이하, 가장 바람직하게는 약 2.5 이하이다. 연신 속도(연신 단계가 끝날 때 롤러에서 측정됨)는 약 50 내지 약 1,200m/m 이상에서 실행될 수 있고, 바람직하게는 약 300m/m 이상, 바람직하게는 약 1,000m/m 이하이다.
- [0087] 방사 연신사로부터 제조할 때, 속도(섬유가 접촉하는 제1 고데(godet)에서 측정됨)는 약 50 내지 약 1,200m/m 이상에서 실행될 수 있고, 바람직하게는 약 300m/m 이상, 바람직하게는 약 800m/m 이하이다.
- [0088] 본 발명의 주된 이점은 더 저속의 조건에서 제조된 부분 배향된 또는 방사 연신된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사에 대하여 사용된 것과 동일하거나 유사한 작동 조건하에 가공사를 제조할 수 있다는 것이다.
- [0089] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 대량 연속 필라멘트("BCF") 사 및 그의 제조는 US 제5,645,782호, 제6,109,015호 및 제6,113,825호, US 제2002/147298 A1호, 및 WO 제99/19557호에 기술되어 있다. BCF 사는 모든 유형의 카펫 및 직물을 제조하는데 사용된다. 본 발명의 조성물은 이들 제조의 방사 속도를 개선하기 위하여 사용될 수 있다.
- [0090] 대량 연속 필라멘트의 제조에 포함되는 바람직한 단계로는 필라멘트의 방사(예컨대, 필라멘트의 압출, 냉각 및 코팅(방사 마무리)), 약 80 내지 약 200°C에서 연신비 약 3 내지 약 5, 바람직하게는 약 3.4 이상, 바람직하게는 약 4.5 이하의 1단계 또는 다단계 연신(바람직하게는 가열 롤, 가열 핀 또는 고온 보조 유체(예컨대, 증기 또는 공기)에 의한), 약 120 내지 약 200°C의 온도에서의 어닐링, 체적 팽창, 얹힘(체적 팽창과 함께 하나의 단계로 또는 후속 별개의 단계에서 수행될 수 있음), 임의로 이완, 및 후속 사용을 위한 패키징상으로의 권취가 있다.
- [0091] 대량 연속 필라멘트 사는 널리 공지된 기법을 사용하여 카펫으로 만들어질 수 있다. 전형적으로, 다수의 사는 함께 꼬일 수 있고, 수에센(Suessen) 또는 슈퍼바(Superba, 등록상표) 오토클레이브(autoclave)와 같은 장치에서 열경화된 다음, 제1 백킹(backing)으로 터프팅(tufting)될 수 있다. 그 다음, 라텍스 접착제 및 2차 백킹이 적용된다.
- [0092] 본 발명의 주된 이점은 더 저속의 조건에서 제조된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 대량 연속 필라멘트 사의 경우에 사용된 것과 동일하거나 유사한 작동 조건하에 카펫이 제조될 수 있다는 것이다.
- [0093] 본 발명의 다른 이점은 더 고속의 방사 속도를 사용하기 때문에 연신비를 낮출 필요가 없다는 것이다. 즉, 방사 속도가 증가될 때 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 배향은 일반적으로 증가한다. 더 고도의 배향인 경우, 연신비는 일반적으로 감소되어야 한다. 본 발명에 있어서, 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 배향은 스티렌 중합체를 사용한 결과 낮아지므로, 당업자는 더 낮은 연신비를 사용할 필요가 없다.
- [0094] 스테이플 섬유 및 제품은 WO 제01/68962호, WO 제01/76923호, WO 제02/22925호 및 WO 제02/22927호에 기술된 방법을 사용하여 제조될 수 있다. 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 스테이플 섬유는 폴리트리메틸렌 디카르복실레이트-스티렌 중합체 블렌드를 약 245 내지 약 285°C의 온도에서 필라멘트로 용융 방사하고, 필라멘트를 급냉시키고, 급냉된 필라멘트를 연신하고, 연신된 필라멘트를 권취하고, 필라멘트를, 바람직하게는 길이 약 0.2 내지 약 6인치(약 0.5 내지 약 15cm)의 스테이플 섬유로 절단함으로써 제조될 수 있다.
- [0095] 하나의 바람직한 방법은 (a) 폴리(트리메틸렌 디카르복실레이트) 및 스티렌 중합체 약 10 내지 약 0.1%를 포함하는 중합체 블렌드를 제공하고, (b) 용융된 블렌드를 약 245 내지 약 285°C의 온도에서 필라멘트를 용융 방사



하고, (c) 필라멘트를 급냉시키고, (d) 급냉된 필라멘트를 연신하고, (e) 연신된 필라멘트를 기계적 권축기를 사용하여 1인치당 약 8 내지 약 30개의 주름(1cm당 약 3 내지 약 12개의 주름)의 수준으로 권축하고, (f) 권축된 필라멘트를 약 50 내지 약 120℃의 온도에서 이완시키고, (g) 이완된 필라멘트를, 바람직하게는 길이 약 0.2 내지 약 6인치(약 0.5 내지 약 15cm)의 스테이플 섬유로 절단함을 포함한다. 이 방법의 하나의 바람직한 실시양태에서, 연신된 필라멘트를 권축하기 전에 약 85 내지 약 115℃에서 어닐링한다. 바람직하게는, 어닐링은 가열된 물리를 사용하여 팽팽한 상태에서 수행한다. 다른 바람직한 실시양태에서, 연신된 필라멘트는 권축하기 전에 어닐링하지 않는다.

[0096] 스테이플 섬유는 가공사 및 직물 또는 부직물의 제조에 유용하며, 또한 화섬면(fiberfill) 용도 및 카펫 제조에 사용될 수 있다.

[0097] 본 발명은 또한 모노필라멘트를 제조하는데 사용될 수 있다. 바람직하게는 모노필라멘트는 10 내지 200dpf이다. 모노필라멘트, 모노필라멘트 사 및 그의 용도는 US 제5,340,909호, EP 제 1 167 594호 및 WO 제 2001/75200호에 기술되어 있다. 본 발명은 멀티필라멘트 사에 관하여 주로 기술되지만, 본원에 기술된 바람직한 양태는 모노필라멘트에 적용가능함을 알아야 한다.

[0098] 필라멘트는 원형이거나 또는 다른 모양(예: 8변 타원형, 델타형, 헥사형(줄(sol)형로도 알려짐), 부채꼴 타원형, 3변 타원형, 4채널형(쿼트라(quastra)-채널형으로도 알려짐), 부채꼴 리본형, 리본형, 별형 등)을 가질 수 있다. 이들은 속이 채워져 있거나, 비어 있거나 또는 다중 중공형일 수 있다.

[0099] 방사구를 사용하여 하나보다 많은 유형의사를 제조하는 것이 가능하지만, 본 발명은 바람직하게는 방사구를 사용하여 하나의 유형의 필라멘트를 방사함으로써 실시된다.

## 실시예

[0100] 하기 실시예는 본 발명을 설명하기 위하여 제시되며, 제한하려는 것은 아니다. 달리 지시되지 않는 한 모든 부, 비율 등은 중량 기준이다.

[0101] 고유 점도

[0102] 고유 점도(IV)는 ASTM D 5225-92를 기본으로 하는 자동화 방법에 따라 19℃에서 50/50중량% 트리플루오로아세트산/메틸렌 클로라이드에 0.4g/dl의 농도로 용해된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)에 대하여 비스코텍 강제 유동 점도계(Viscotek Forced Flow Viscometer) Y900(미국 텍사스주 휴스턴 소재의 비스코텍 코포레이션(Viscotek Corporation))으로 측정된 점도에 따라 결정하였다. 이들 측정된 IV 값은 ASTM D 4603-96에 따라 60/40 중량% 페놀/1,1,2,2-테트라클로로에탄에서 수동으로 측정된 IV 값과 서로 관련되었다.

[0103] 수 평균 분자량

[0104] 폴리스티렌의 수 평균 분자량은 ASTM D 5296-97에 따라 계산하였다. 정량용 표준물질이  $M_w \sim 44,000$ 의 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 및 헥사플루오로이소프로판올 용매인 것을 제외하고는 동일한 방법이 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)에 대하여 사용되었다.

[0105] 강인도 및 파단 신도

[0106] 하기 실시예에 보고된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)사의 물성은 인스트론 코포레이션(Instron Corp.)의 인장 시험기, 모델 No. 1122를 사용하여 측정하였다. 더 구체적으로, 파단 신도( $E_b$ ) 및 강인도는 ASTM D-2256에 따라 측정하였다.

[0107] 리소나(Leesona) 실타래 수축율 시험

[0108] 널리 공지된 리소나 실타래 수축율 시험을 사용하여 가공사의 벌크성을 측정하였다. 첫째, 필요한 랩(wrap)의 수는 하기 수학적식을 사용하여 결정하였다:

$$\text{랩 수} = 12,500 \text{데니어} / (\text{안 데니어} \times 2)$$

[0109]

[0110] 그 다음, 상기 수학적식으로부터 결정된 랩 수를 사용하여 실타래를 릴(reel)상에 권취하고, 최종 계산에 사용하기 위하여 릴의 원주를 측정하였다. 그 다음, 20g 분동의 실타래를 매달고 실타래를 릴로부터 제거하였다(실타래는 이완시키지 않음). 실타래는 20g의 장력하에 여전히 매달려 있는 동안 180°F의 물 용기내에 10분동안 완

전히 침지되어 있었다. 실타래를 물 용기로부터 꺼내고(분동은 제거하지 않고), 2분 후 20g의 분동을 여전히 유지한 채 실타래의 길이를 측정하였다. 실타래 수축율은 하기 수학적식을 사용하여 계산하였다:

$$\text{실타래 수축율} = ((L_0 - L_F) \times 100) / L_0$$

상기 식에서,  
L0는 실타래의 원래 길이(릴 원주의 절반)이고,  
LF는 고온 처리후 부착된 분동과 함께 측정한 최종 길이이다.

중합체 블렌드

중합체 블렌드는 IV가 1.02인 소로나 세미-덜(semi-dull)(TiO<sub>2</sub>=0.3%) 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)(CP 중합체) 펠렛(미국 델라웨어주 월밍톤 소재의 이 아이 듀폰 드 네무아 앤 캄파니로부터 입수가가능함) 및 하기 표 1에 기술된 스티렌 중합체로부터 제조하였다:

표 1

폴리스티렌 샘플

샘플	공급자	폴리스티렌 등급	용융지수 (g/10분)	연화점 (℃) <sup>2</sup>	수 평균 분자량 <sup>3</sup>
A	바스프, 미국 뉴저지주 마운트 올리브 소재	168 MK G2	1.5 <sup>1</sup>	109	124,000
B	시그마-알드리흐, 미국 미주리주 세인트 루이스 소재	44,114-7	3.4 <sup>1</sup>	99	95,000
C	시그마-알드리흐	43,010-2	7.5 <sup>1</sup>	107	83,000
D	시그마-알드리흐	43,011-0	14 <sup>1</sup>	101	86,000
E	바스프	145 DK G2	14 <sup>1</sup>	96	84,000
F	A&M 스티렌 캄파니(A&M Styrene Co.), 일본 소재	475D	2.0 <sup>4</sup>	102	84,000
1. ASTM 1238, 200℃/5kg 2. ASTM-D1525 3. 전술한 바와 같이 측정됨 4. ISO-R1133					

샘플 A 내지 E의 밀도는 1.04g/ml이고, 샘플 F의 밀도는 1.05g/ml이었다.

모든 폴리스티렌 샘플은 샘플 F를 제외하고 폴리스티렌 단독중합체였고, 샘플 F는 고무 성분으로서 폴리부타디엔을 8 내지 10중량%의 양으로 함유하는 고충격 폴리스티렌이었다.

하기 과정을 사용하였다:

과정 A.

배럴(barrel) 직경 30밀리미터(mm) 및 MJM-4 스크류(screw)(워너 앤 플라이더러 코포레이션(Werner & Pfleiderer Corp.), 미국 뉴저지주 램sey 소재)가 달린 통상의 스크류 재용용 배합기를 사용하여 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 펠렛을 폴리스티렌과 배합하였다. 압출 다이는 직경이 3/16인치(4.76mm)이고 다이 입구에 체 여과기를 가졌다.

15mm 중공 오거(auger) 및 25mm 관을 갖는 케이-트론(K-tron) 5200 공급기(케이-트론 인터내셔널 인코포레이티드(K-Tron International, Inc.), 미국 뉴저지주 피트만 소재)를 사용하여 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 펠렛을 스크류내로 공급하였다. 공칭 기본 중합체 공급율은 사용되는 중량%에 의존하였다.

폴리스티렌(PS) 펠렛(표 1 참조)도 또한 이중 P1 스크류를 갖는 케이-트론 T-20 공급기를 사용하여 스크류 통로내로 공급하였다. 오직 하나의 나선형 공급기 스크류가 사용되었다. 압출기 통로에는 전형적으로 진공이 적용

되었다.

[0125] 배합기의 배럴 부분은 하기 온도로 고정하였다. 제1의 가열된 배럴 부분은 잠갔다. 제2 및 제3 부분은 170℃로 설정하였다. 나머지 11개 부분은 200℃로 설정하였다. 스크류는 1분당 225회전("rpm")으로 설정하여 압출다이에서 250℃의 용점이 되었다.

[0126] 압출물을 수욕으로 흘러 보내어 배합된 중합체를 모노필라멘트로 고화하였다. 그 다음, 필라멘트가 2mm 길이의 펠렛으로 자르는 절단기에 들어가기 전에 2조의 에어 나이프(air knife)가 필라멘트를 탈수시켰다.

[0127] 과정 B.

[0128] 펠렛 혼합물을 제조하고 그를 용융시킴으로써 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리스티렌 펠렛으로부터 엽 및 페퍼(pepper) 블렌드를 제조하였다. 이들은 배합되지 않았다.

[0129] 과정 C.

[0130] 과정 A 및 B에서 얻은 펠렛(또는 대조 실시예의 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 펠렛)을 120℃에서 최소 16시간동안 건조시키기 위하여 진공 오븐에 두었다. 건조된 펠렛을 오븐으로부터 꺼내어, 실온에서 유지시켰던 질소 블랭킷(blanket) 처리된 공급 깔때기내로 재빨리 적하하였다. 펠렛을 100g/min(gpm)으로 이중 스크류 재용융기로 공급하였다. 배럴 가열 부분은 대역 1 240℃, 대역 2 내지 5 265℃, 대역 7 및 8 268℃로 설정하였다. 펌프 블럭은 268℃, 포장 상자 가열기는 268℃이었다.

[0131] 실시예 1 - 부분 배향된 사 제조

[0132] 부분 배향된사는 과정 A에 따라 배합된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 단독으로부터 또는 표 1에 기술된 폴리스티렌 A와 함께 통상의 방사 기법을 사용하여 방사하였다. 과정 A 및 C를 사용하여 제조된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 또는 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)/스티렌 중합체 블렌드를 모래 필터 스핀 팩(sand filter spin pack) 및 273℃로 유지되는 34개 원형 구멍의 방사구(직경 0.012인치(0.3mm) 및 모세관 깊이 0.022인치(0.56mm)의 구멍)를 통해 압출하였다. 방사구를 떠나는 필라멘트 스트림을 21℃의 공기로 급냉시키고, 번들로 모아 방사 마무리제를 적용하였다. 하기 표 2에 기술된 표면하 속도를 갖는 전진 물은 사 번들을 인터레이스 제트(jet)로 전달한 다음, 하기 표 2에 기술된 속도로 움직이는 권취기상에 전달하였다.

[0133] 생성된 부분 배향된 사의 방사 조건 및 특성은 하기 표 2에 기술한다.

## 표 2

[0134] 방사 조건 및 부분 배향된 사 특성

샘플	PS <sup>a</sup> 중량%	방사 속도 <sup>b</sup>	권취 속도 <sup>c</sup>	데니어	DPF	강인도 <sup>d</sup>	신도 <sup>e</sup>
A(대조)	-	2500	2510	214	6.3	2.21	106.2
B(대조)	-	3000	3010	215	6.3	2.66	88.2
C(대조)	-	3500	3510	224	6.6	2.72	73.7
1	2	2500	2510	211	6.2	1.54	195.8
2	2	3000	3010	211	6.2	1.82	143.4
3	2	3500	3510	225	6.6	2.00	118.0
a. "PS"=표 1에 기술된 바와 같은 폴리스티렌 A. 중량%는 블렌드의 중량을 기준으로 함. b. 방사 고데 속도, m/m c. 권취 속도, m/m d. 강인도, g/d e. 파단 신도, %							

[0135] 본 발명 이전에는, 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 부분 배향된 사는 연신-가연 공정에 적합하게 하기 위하여 저속(약 2,500m/m)으로 방사하여야 했다. 표 2의 데이터는 본 발명의 부분 배향된 사가 상당히 더 빠른 방사 속도에서 제조되었을 때 연신-가연에 적합함을 나타낸다.

[0136] 3가지의 대조 샘플은 방사 속도 및 권취 속도가 증가함에 따라 파단 신도가 떨어지고 강인도가 증가함을 나타낸다. 더 고속으로 제조된 생성물은 연신-가연 공정에 충분히 적합하지 않았다. 스티렌 중합체를 첨가하면, 더 고속으로 방사된 부분 배향된 사는 연신-가연 공정에 적합한 특성을 나타내었다. 가장 두드러지게는, 3500m/m

에서 방사된 스티렌 중합체 함유 사는 2500m/m에서 방사된 대조군 사와 유사한 특성을 나타내므로, 이들은 유사한 조건하에 연신-가연될 수 있었다. 그 결과, 본 발명을 사용하여 부분 배향된 사는 더 고속으로 제조될 수 있고, 연신-가연 공정을 거의 변경하지 않고 연신-가연에 사용될 수 있다. 또한, 본 발명은 더 고속으로 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 부분 배향된 사를 제조하도록 설계된 설비를 사용할 수 있게 한다.

[0137] 실시예 2 - 부분 배향된 사 제조

[0138] 과정 A에 따라 제조된 블렌드(하기 표 3의 각주에 지시된 바와 같이, 과정 B에 따라 제조된 염 및 페퍼 블렌드인 샘플을 제외하고)로부터 실시예 2에 기술된 바와 같이 사를 방사한 결과, 부분 배향된 사가 다양한 스티렌 중합체로부터 변하는 조건하에 제조될 수 있는 것으로 나타났다.

### 표 3

[0139] 방사 조건 및 부분 배향된 사 특성

샘플 No.	PS(wt%)	PS	방사 고데 속도 m/m	권취 속도 m/m	사 데니어	DPF	강인도 (g/d)	E <sub>b</sub> %
A(대조)	-	-	2500	2535	211	6.2	2.11	97.8
B(대조)	-	-	2500	2530	212	6.2	2.25	106.0
C(대조)	-	-	2500	2550	211	6.2	2.35	109.2
D(대조)	-	-	3500	3550	152	4.5	3.10	70.7
1	1.3	A	3000	3000	208	6.1	2.00	126.0
2	2	A	3000	3000	208	6.1	1.72	155.0
3	2	A	3500	3520	203	6.0	2.08	115.0
4*	2	A	3000	3030	210	6.2	1.80	131.7
5	2	B	3000	2980	210	6.2	2.17	117.0
6	2	C	3000	3030	204	6.0	2.19	106.1
7	2	C	3000	2980	215	6.3	2.14	113.0
8	2	D	3000	2980	204	6.0	2.30	108.0
9	2	E	3500	3520	208	6.1	2.56	86.4
10*	1	F	3500	3550	147	4.3	2.75	82.2
11*	2	F	3500	3550	144	4.2	2.09	103.5
* 과정 B에 의해 제조된 염 및 페퍼 블렌드								

[0140] 표 3의 데이터는 부분 배향된 사가 다수의 스티렌 중합체를 가지고 변하는 조건하에 제조될 수 있음을 나타낸다.

[0141] 실시예 3 - 연신-가연

[0142] 이 실시예는 본 발명에 따라 제조된 사가 후속 연신-가연 공정에 유용함을 나타낸다.

[0143] 연신-가연 조건은 본원에 참조로 인용된 US 제6,287,688호의 도 5에 기술된 장치를 사용하는 마찰 가연 텍스처링 공정을 사용한다. 실시예 3에 기술된 바와 같이 제조된 부분 배향된 사를 가열기를 통과할 때 약 180℃의 온도로 가열하고, 이들이 냉각판 위를 통과할 때 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)의 유리전이온도 미만의 온도로 냉각시켰다. 권취 속도는 500m/m이었다.

[0144] 나머지 연신-가연 공정 조건 및 생성된 연신-가연된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사의 특성은 하기 표 4에 기술되어 있다. 표 4에서, 연신비는 연신 롤의 속도 대 공급 롤의 속도의 비로서 주어진다.

### 표 4

[0145] 텍스처링

샘플 No.	PS	PS wt%	연신비	사 데니어	DPF	강인도 g/d	E <sub>b</sub> , %	리소나 수축율
A(대조)	-	-	1.35	163	4.8	2.68	43.0	47.6

B(대조)	-	-	1.44	160	4.7	2.77	42.7	42.0
1	A	1.3	1.47	151	4.4	2.49	49.2	43.3
2	A	2	1.69	132	3.9	2.43	47.8	38.6
4	A	2	1.55	142	4.2	2.51	49.4	43.8
5	B	2	1.47	153	4.5	2.72	42.9	40.7
6	C	2	1.42	157	4.6	2.83	46.1	43.6
7	C	2	1.45	155	4.6	2.77	48.5	40.9
8	D	2	1.43	162	4.8	2.72	44.0	41.5

[0146] 표 4의 데이터는 본 발명에 따라 제조된 부분 배향된 사로부터 제조된 가공사가 대조 샘플로부터 제조된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 사에 필적하는 특성을 가짐을 나타낸다. 이 데이터는 더 저속으로 방사된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 부분 배향된 사의 경우에 사용된 것과 유사한 조건하에 본 발명의 부분 배향된 사로부터 가공사를 제조하는 것이 가능함을 나타낸다.

[0147] 실시예 4 - 방사 연신사 제조

[0148] 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 0.95중량%의 폴리스티렌 A를 함유하는 방사 연신사(SDY) 1 내지 5, 및 100% 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)를 갖는 대조 사 A 내지 C를 실시예 1에 따라 제조하였다. 방사(제1) 고데의 온도는 60℃이었다. 제2(연신) 고데의 온도는 120℃이었다. 권취는 실온에서 하였다. 연신 속도, 연신 비, 및 인스트론 인장 시험기, 모델 1122에서 측정된, 생성된 연신사의 물성은 하기 표 5에 제공되어 있다.

## 표 5

[0149] 방사 및 연신

실행	연신비	방사 고데 속도, m/m	연신 고데 속도, m/m	권취 속도 m/m	데니어	강인도 g/d	E <sub>b</sub> , %	방사성
A	2.5	1200	3000	2858	76.50	4.19	31.16	우수
B	2.0	1750	3500	3305	76.50	4.28	31.90	우수
C	1.8	2222	4000	3753	77.85	4.44	30.70	우수
D	1.6	2812	4500	-	-	-	-	불량
E	1.4	3571	5000	-	-	-	-	불량
1	3.5	857	3000	2830	76.50	3.68	41.46	우수
2	3.3	1060	3500	3300	76.50	3.63	38.05	우수
3	3.2	1250	4000	3785	77.40	3.72	38.26	우수
4	3.0	1500	4500	4280	77.85	3.80	37.71	우수
5	2.8	1923	5000	4725	76.95	3.79	37.09	우수

[0150] 표 5의 데이터는 방사 연신사가 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)만을 사용하여 고속에서 제조될 수 없음을 나타낸다. 대조적으로, 0.95중량% 스티렌 중합체를 함유하는 방사 연신사는 고속 및 고연신비에서 연신된 경우에도 우수한 방사성을 나타내었다.

[0151] 실시예 5 - POY 및 직물

[0152] 약 261℃의 중합체 온도를 얻는데 필요한 것과 같은 온도에서 유지된 방사구의 오리피스(직경 약 0.25mm)를 통해 압출함으로써 I.V. 1.0의 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리스티렌 A 0.95중량%를 통상의 재용융 단축 압출 공정 및 통상의 폴리에스테르 섬유 용융-방사(S-랩) 기법을 사용하여 부분 배향된 사(POY)로 방사하였다. 방사 기계는 8개 말단을 가지며, 시간당 38.1파운드의 총 위치상 처리량을 나타내었다. 방사구를 떠나는 필라멘트 스트림을 21℃의 공기로 급냉시키고, 34필라멘트의 번들로 모으고, 약 0.4중량%의 방사 마무리제를 적용하고, 필라멘트를 인터레이싱하고, 각 말단에서 34-필라멘트 사로서 약 3250m/m으로 모았다. 인스트론 코포레이션 인장 시험기, 모델 1122로 측정한 바와 같이, 부분 배향된 사의 물성은 하기에 주어져 있다:

[0153] 공급 롤 속도, m/m: 3270

[0154] 권취 속도, m/m: 3259

[0155] 데니어, g: 105

- [0156] 강인도, g/d: 2.30
- [0157] 신도, %: 124
- [0158] 건조 열 수축율, %: 42.8
- [0159] BOS, %: 51.9
- [0160] 전술된 바와 같이 생성된 사는 2.5미터의 접촉 가열기가 장착된 바매그(Barmag) AFK 연신-가연 기계에서 약 1.51의 연신비 및 180℃의 가열기 온도로 500m/m의 속도로 연신되었다. 인스트론 인장 시험기, 모델 1122에서 측정된 물성은 하기에 주어지 있다:
- [0161] 테니어, g: 74.0
- [0162] 강인도, g/d: 2.90
- [0163] 신도, %: 42.7
- [0164] 리소나 수축율, %: 45.2
- [0165] 전술된 바와 같은 가공사는 4 내지 6g의 인장력 및 18rpm의 속도에서 28바늘/인치 및 24개의 공급 사를 사용하여 모나크 푸카하라(Monarch Fukahara) 원형 편직기에서 편직하였다. 그 다음, 그레이그(greig) 직물을 160°F에서 문질러 닦고, 212°F에서 염색하고 302°F에서 열경화하였다. 인트라실(Intrasil) 네이비 블루(Navy Blue) HRS로 염색된 직물은 균일하고, 부드러우며, 탄력있었다.
- [0166] 실시예 6-전자현미경
- [0167] 도 1은 실시예 2에서 제조된 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트)/2중량% 폴리스티렌 A 필라멘트(표 3의 샘플 2)의 얇은 부분의 전자현미경이다. 부분 배향된 사 필라멘트는 필라멘트 축에 수직인 방향으로 초박절술에 의해 박편으로 만들었다. 다이아몬드 칼을 사용하여 공칭 두께 90nm의 조각을 만들었고, 이들을 90/10 물/아세톤 혼합물내에 모았다. 조각들을 구리 메쉬 시험편 격자로 옮기고 건조시켰다. 모든 격자는 현미경 관찰 전에 선택적으로 염색되었다(폴리스티렌을 주위 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 매트릭스보다 상대적으로 어둡게 하기 위하여). 선택적 염색은 루테늄(III) 클로라이드와 수성 나트륨 히포클로라이트(표백)의 반응으로부터 생성된 RuO<sub>4</sub> 증기를 함유하는 덮혀진 접시내 천공 유리 접시위에 격자를 위치시킴으로써 이행하였다. 염색한지 2시간 후, 격자를 꺼내었다. 200kV의 가속 전압에서 작동되는 JEOL 2000FX 투과 전자현미경(TEM)(제올 리미티드(Jeol Limited), 일본 도쿄 소재)을 사용하여 상을 얻고, 가탄(Gatan) 디지털 카메라를 사용하여 기록하였다. 상은 2500배 배율에서 기록하였다(10미크론 축적 막대). 상에서 보이는 선 또는 주름은 샘플 제조에 사용된 다이아몬드 칼 가장자리의 결함으로 인한 인공 산물이다. 폴리스티렌은 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 매트릭스내에 분산된 어두운 상으로서 나타난다. 상은 어두운 폴리스티렌 상이 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 폴리에스테르 매트릭스내에 잘 분산되어 있음을 나타낸다.
- [0168] 도 2는 필라멘트의 종방향 부분의 전자현미경 사진이다. 이 샘플은 또한 전술된 동일한 방법에 의해 전자현미경을 위해 제조되었지만, 이 부분은 필라멘트 축에 평행하게 박절되었다.
- [0169] 본 발명의 실시양태의 상기 개시내용은 설명 및 기술의 목적으로 제공되었다. 본 발명을 철저히 규명하거나 개시된 자세한 형태로 제한하려는 것이 아니다. 당업자라면 본원에 기술된 실시양태의 많은 변화 및 변형을 개시내용에 비추어 분명히 알 것이다.

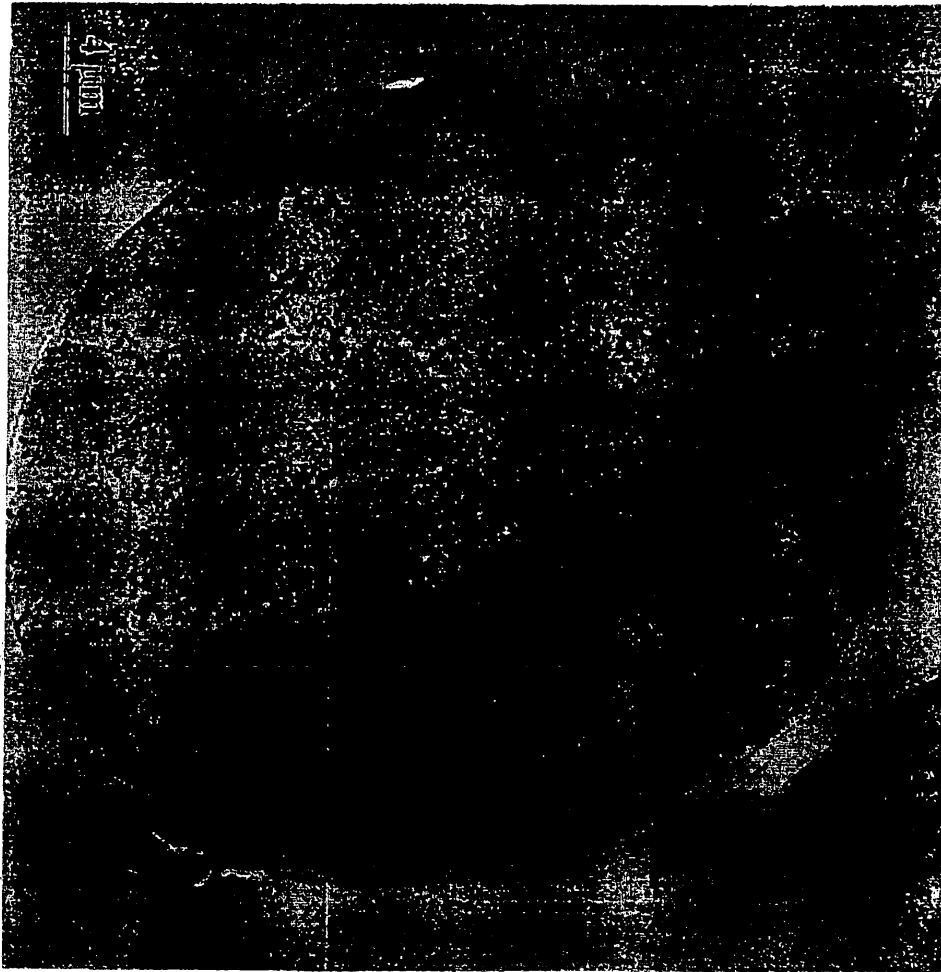
### 도면의 간단한 설명

- [0039] 도 1은 본 발명에 따른 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 스티렌 중합체를 포함하는 필라멘트의 방사상 단면을 도시하는 전자현미경 사진이다.
- [0040] 도 2는 본 발명에 따른 폴리(트리메틸렌 테레프탈레이트) 및 스티렌 중합체를 포함하는 필라멘트의 종방향 상을 도시하는 전자현미경 사진이다.



도면

도면1



도면2

