



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년02월12일
 (11) 등록번호 10-1362617
 (24) 등록일자 2014년02월06일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D01F 8/14 (2006.01) *D04H 1/4382* (2012.01)
 (21) 출원번호 10-2010-7024652
 (22) 출원일자(국제) 2009년03월19일
 심사청구일자 2011년03월30일
 (85) 번역문제출일자 2010년11월02일
 (65) 공개번호 10-2010-0134088
 (43) 공개일자 2010년12월22일
 (86) 국제출원번호 PCT/US2009/001717
 (87) 국제공개번호 WO 2009/123678
 국제공개일자 2009년10월08일
 (30) 우선권주장
 12/199,304 2008년08월27일 미국(US)
 61/041,699 2008년04월02일 미국(US)
 (56) 선행기술조사문헌
 JP1994025396 A
 JP2000095850 A
 WO1993007197 A1
 US20006162890 A1
 전체 청구항 수 : 총 27 항

(73) 특허권자
이스트만 케미칼 컴파니
 미합중국 테네시 37660 킹스포트 사우스 윌콕스
 드라이브 200
 (72) 발명자
굽타 라케쉬 쿠마
 미국 테네시주 37664 킹스포트 셰파톤 레인 1001
클로시위츠 다니엘 윌리엄
 미국 테네시주 37664 킹스포트 래드클리프 애비뉴
 1112
미첼 멜빈 글렌
 미국 노스 캐롤라이나주 28766 펜로즈 아만다 드
 라이브 27
 (74) 대리인
제일특허법인

심사관 : 이흥재

(54) 발명의 명칭 **다성분 섬유로부터 제조된 부직물**

(57) 요약

본 발명은 하나 이상의 비-수분산성 중합체를 포함하고 5 μ m 미만의 등가 직경 및 25mm 미만의 길이를 갖는 비-수분산성 중합체 극세사에 관한 것이다. 상기 비-수분산성 중합체 극세사를 제조하는 방법도 제공되며, 상기 방법은 (a) 다성분 섬유를 절단된 다성분 섬유로 절단하는 단계; (b) 상기 절단된 다성분 섬유를 포함하는 섬유-함유 원료를 물과 접촉시켜 섬유 혼합물 슬러리를 제조하는 단계; (c) 상기 섬유 혼합물 슬러리를 가열하여 가열된 섬유 혼합물 슬러리를 제조하는 단계; (d) 임의적으로, 상기 섬유 혼합물 슬러리를 전단 대역에서 혼합하는 단계; (e) 상기 다성분 섬유로부터 설폴폴리에스터의 적어도 일부를 제거하여, 설폴폴리에스터 분산액 및 비-수분산성 중합체 극세사를 포함하는 슬러리 혼합물을 제조하는 단계; 및 (f) 상기 비-수분산성 중합체 극세사를 상기 슬러리 혼합물로부터 분리하는 단계를 포함한다. 부직 물품을 제조하는 방법도 제공된다.

특허청구의 범위

청구항 1

비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하고, 5 μ m 미만의 등가 직경(equivalent diameter) 및 25mm 미만의 길이를 갖는 비-수분산성 중합체 극세사(microfiber).

청구항 2

제 1 항에 있어서,

3 μ m 미만의 등가 직경 및 25mm 미만, 10mm 미만, 6.5mm 미만 및 3.5mm 미만으로 이루어진 군으로부터 선택된 길이를 갖는 비-수분산성 중합체 극세사.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

(a) 수분산성 설폴폴리에스터 하나 이상, 및

상기 설폴폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 극세사 도메인들을 포함하되, 상기 극세사 도메인들이 상기 극세사 도메인들 사이에 개재된 상기 설폴폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있는, 성형된 단면을 갖는 절단된 다성분 섬유를 제공하는 단계; 및

(b) 상기 수분산성 설폴폴리에스터로부터 상기 비-수분산성 중합체 극세사를 분리하는 단계

를 포함하는 공정에 의해 제조된, 비-수분산성 중합체 극세사.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 다성분 섬유가, 성형된 단면을 갖고,

(A) 수분산성 설폴폴리에스터 하나 이상; 및

(B) 상기 설폴폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 극세사 도메인들

을 포함하되, 상기 극세사 도메인들이 상기 극세사 도메인들 사이에 개재된 상기 설폴폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고,

상기 수분산성 설폴폴리에스터가 240 $^{\circ}$ C에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 12,000포아즈(poise) 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 25몰% 미만의 설폴단량체 잔기 하나 이상을 포함하는,

비-수분산성 중합체 극세사.

청구항 5

제 3 항에 있어서,

상기 다성분 섬유가, 성형된 단면을 갖고,

(A) 57 $^{\circ}$ C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖고,

(i) 다이카복실산 잔기 하나 이상;

(ii) 전체 반복 단위 기준으로 4 내지 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설폴네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설폴단량체 잔기 하나 이상;

(iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 H-(OCH₂-CH₂)_n-OH(이때, n은 2 내지 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및

(iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖

는 분지화(branching) 단량체 잔기

를 포함하는 수분산성 설포폴리에스터; 및

(B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 극세사 도메인들

을 포함하되, 상기 극세사 도메인들이 상기 극세사 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있는,

비-수분산성 중합체 극세사.

청구항 6

제 3 항에 있어서,

상기 다성분 섬유가, 성형된 단면을 갖고,

(A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상; 및

(B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 극세사 도메인들

을 포함하되, 상기 극세사 도메인들이 상기 극세사 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고,

상기 다성분 섬유가 6 데니어/필라멘트(dpf) 미만의 방사(as-spun) 데니어를 갖고;

상기 수분산성 설포폴리에스터가 240℃에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 12,000포아즈 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 25몰% 미만의 설포단량체 잔기 하나 이상을 포함하는,

비-수분산성 중합체 극세사.

청구항 7

제 1 항 또는 제 2 항에 따른 비-수분산성 중합체 극세사를 포함하는 부직 물품.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

건식-레이드(dry-laid) 공정 또는 습식-레이드(wet-laid) 공정에 의해 제조된 부직 물품.

청구항 9

제 8 항에 있어서,

부직 물품 내에 상기 비-수분산성 중합체 극세사가 1% 이상 함유되어 있는, 부직 물품.

청구항 10

제 8 항에 있어서,

부직 물품 내에 상기 비-수분산성 중합체 극세사가 25% 이상 함유되어 있는, 부직 물품.

청구항 11

제 8 항에 있어서,

부직 물품 내에 상기 비-수분산성 중합체 극세사가 50% 이상 함유되어 있는, 부직 물품.

청구항 12

제 7 항에 있어서,

상기 비-수분산성 중합체 극세사가, 폴리올레핀, 폴리에스터, 폴리아마이드, 폴리락타이드, 폴리카프로락톤, 폴리카보네이트, 폴리우레탄, 셀룰로스 에스터 및 폴리염화바이닐로 이루어진 군으로부터 선택된 중합체 하나 이상을 포함하는, 부직 물품.

청구항 13

제 7 항에 있어서,

필터 매질, 부직포, 부직 웹, 식품 제조용 필터 매질, 의료 제품용 필터 매질 및 종이로 이루어진 균으로부터 선택된 부직 물품.

청구항 14

제 7 항에 있어서,

다른 섬유 하나 이상을 또한 포함하는 부직 물품.

청구항 15

제 7 항에 있어서,

첨가제 하나 이상을 또한 포함하는 부직 물품.

청구항 16

(a) 다성분 섬유로부터 제조된 비-수분산성 중합체 극세사를 제공하는 단계; 및

(b) 습식-레이드 공정 또는 건식-레이드 공정을 이용하여 부직 물품을 제조하는 단계를 포함하는, 부직 물품의 제조 방법.

청구항 17

제 16 항에 있어서,

상기 다성분 섬유가, 성형된 단면을 갖고,

(A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상; 및

(B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 극세사 도메인들

을 포함하되, 상기 극세사 도메인들이 상기 극세사 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있는,

부직 물품의 제조 방법.

청구항 18

제 16 항에 있어서,

상기 다성분 섬유가, 성형된 단면을 갖고,

(A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상; 및

(B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 극세사 도메인들

을 포함하되, 상기 극세사 도메인들이 상기 극세사 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고,

상기 수분산성 설포폴리에스터가 240℃ 및 1rad/sec의 변형률로 측정 시 12,000포아즈 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 25몰% 미만의 설포단량체 잔기 하나 이상을 포함하는,

부직 물품의 제조 방법.

청구항 19

제 16 항에 있어서,

상기 다성분 섬유가, 성형된 단면을 갖고,

(A) 57℃ 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖고,

(i) 다이카복실산 잔기 하나 이상;

(ii) 전체 반복 단위 기준으로 4 내지 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설포네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설포단량체 잔기 하나 이상;

(iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n 은 2 내지 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및

(iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기

를 포함하는 수분산성 설포폴리에스터; 및

(B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 극세사 도메인들

을 포함하되, 상기 극세사 도메인들이 상기 극세사 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있는,

부직 물품의 제조 방법.

청구항 20

제 16 항에 있어서,

상기 다성분 섬유가, 성형된 단면을 갖고,

(A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상; 및

(B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 극세사 도메인들

을 포함하되, 상기 극세사 도메인들이 상기 극세사 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고,

상기 다성분 섬유가 6dpf 미만의 방사 테니어를 갖고;

상기 수분산성 설포폴리에스터가 240℃에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 12,000포아즈 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 25몰% 미만의 설포단량체 잔기 하나 이상을 포함하는,

부직 물품의 제조 방법.

청구항 21

(a) 다성분 섬유를 절단된 다성분 섬유로 절단하는 단계;

(b) 상기 절단된 다성분 섬유를 포함하는 섬유-함유 공급원료를 물과 접촉시켜, 섬유 혼합물 슬러리를 제조하는 단계;

(c) 상기 섬유 혼합물 슬러리를 가열하여 가열된 섬유 혼합물 슬러리를 제조하는 단계;

(d) 임의적으로, 상기 섬유 혼합물 슬러리를 전단 대역에서 혼합하는 단계;

(e) 상기 다성분 섬유로부터 설포폴리에스터의 적어도 일부를 제거하여, 설포폴리에스터 분산액 및 비-수분산성 중합체 극세사를 포함하는 슬러리 혼합물을 제조하는 단계; 및

(f) 상기 슬러리 혼합물로부터 비-수분산성 중합체 극세사를 분리하는 단계

를 포함하는, 비-수분산성 중합체 극세사의 제조 방법.

청구항 22

제 21 항에 있어서,

상기 비-수분산성 중합체 극세사가 습식-레이드 공정 또는 건식-레이드 공정에 사용되는, 비-수분산성 중합체

극세사의 제조 방법.

청구항 23

제 21 항에 있어서,

상기 비-수분산성 중합체 극세사 슬러리가, 셀룰로스 섬유 펄프, 유리 섬유, 폴리에스터 섬유, 나일론 섬유, 폴리올레핀 섬유, 레이온 섬유 및 셀룰로스 에스터 섬유로 이루어진 군으로부터 선택된 섬유 하나 이상을 또한 포함하는, 비-수분산성 중합체 극세사의 제조 방법.

청구항 24

제 21 항에 있어서,

상기 단계 (b)에서 상기 물이 하나 이상의 연수화제(water softening agent)를 포함하는, 비-수분산성 중합체 극세사의 제조 방법.

청구항 25

제 24 항에 있어서,

상기 연수화제가 킬레이팅제 또는 칼슘 이온 봉쇄제(sequestrant)인, 비-수분산성 중합체 극세사의 제조 방법.

청구항 26

제 25 항에 있어서,

상기 연수화제가, 폴리 아크릴산 나트륨염; 말레산 또는 석신산의 나트륨염; 다이에틸렌트리아민펜타아세트산; 다이에틸렌트리아민-N,N,N',N',N"-펜타아세트산; 펜테트산; N,N-비스(2-(비스-(카복시메틸)아미노)에틸)-글리신; 다이에틸렌트리아민 펜타아세트산; [[(카복시메틸)이미노]비스(에틸렌니트릴로)]-테트라아세트산; 에데트산; 에틸렌다이니트릴로테트라아세트산; EDTA 유리 염기; EDTA 유리 산; 에틸렌다이아민-N,N,N',N'-테트라아세트산; 헵텐; 베헤산; N,N'-1,2-에테인 다이일비스-(N-(카복시메틸)글리신); 에틸렌다이아민 테트라아세트산; N,N-비스(카복시메틸)글리신; 트라이글리콜람산; 트릴론 A; 알파,알파',알파"-트라이메틸아민트라이카복실산; 트라이(카복시메틸)아민; 아미노트리아아세트산; 헵트서 NTA 산; 니트릴로-2,2',2"-트리아아세트산; 티트리플렉스 i; 니트릴로트리아아세트산; 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택된 비-수분산성 중합체 극세사의 제조 방법.

청구항 27

- (a) 임의적으로, 비-수분산성 중합체 극세사를 행구는 단계;
- (b) 상기 비-수분산성 중합체 극세사에 물을 첨가하여 비-수분산성 중합체 극세사 슬러리를 제조하는 단계;
- (c) 임의적으로, 상기 비-수분산성 중합체 극세사 또는 상기 비-수분산성 중합체 극세사 슬러리에 다른 섬유, 첨가제 또는 이들의 혼합물을 첨가하는 단계; 및
- (d) 상기 비-수분산성 중합체 극세사 함유 슬러리를 습식-레이드 부직 대역으로 옮겨 부직 물품을 제조하는 단계를 포함하는, 부직 물품을 제조하기 위한 습식-레이드 방법.

명세서

기술분야

[0001] 관련 출원에 대한 교차 참조

[0002] 본 발명은, 2008년 4월 2일자로 출원된 미국 특허 가출원 제61/041,699호; 및 2003년 6월 19일자로 출원된 미국 특허 출원 제10/465,698호의 일부계속출원인 2004년 5월 20일자로 출원된 미국 특허 출원 제10/850,548호(현재 미국 특허 제6,989,193호로 허여됨)의 분할출원인 2005년 8월 16일자로 출원된 미국 특허 출원 제11/204,868호

의 일부계속출원인 2006년 1월 31일자로 출원된 미국 특허 출원 제11,344,320호의 일부계속출원인 2007년 1월 3일자로 출원된 미국 특허 출원 제11/648,955호의 일부계속출원을 우선권 주장하는 일부계속출원이다. 상기 특허 출원들을 본원에 참고로 인용한다.

[0003] 기술분야

[0004] 본 발명은 설포폴리에스터를 포함하는 수분산성 섬유 및 섬유 물품에 관한 것이다. 또한, 본 발명은 설포폴리에스터를 포함하는 다성분(multicomponent) 섬유 및 그로부터 제조되는 극세사(microdenier fiber) 및 섬유 물품에 관한 것이다. 또한, 본 발명은 수분산성, 다성분 및 극세사의 제조 방법 및 그로부터 제조된 부직포에 관한 것이다. 상기 섬유 및 섬유 물품은 수세성(flushable) 퍼스널 케어(personal care) 제품 및 의료 제품에 용도를 가진다.

배경 기술

[0005] 섬유, 펠트 블로운 웹 및 다른 용융 방사 섬유 물품은 폴리(프로필렌), 폴리아마이드 및 폴리에스터와 같은 열가소성 중합체로부터 제조된다. 이들 섬유 및 섬유 물품의 통상적인 용도 중 하나는 부직포이고, 특히, 와이프(wipe), 여성 위생(feminine hygiene) 제품, 아기 기저귀, 성인 요실금용 브리프, 병원/외과 및 다른 의료용 일회용품, 보호 직물 및 레이어, 토목섬유(geotextile), 산업용 와이프, 및 필터 매질과 같은 퍼스널 케어 제품이다. 불행하게도, 통상적인 열가소성 중합체로 제조된 퍼스널 케어 제품은 폐기하기 어렵고 통상적으로 쓰레기 매립지에 버려진다. 유망한 대안적 폐기 방법 중 하나는 이들 제품 또는 그 성분을 "수세성"으로, 즉 공중 하수도 시스템에 적합하게 만드는 것이다. 수분산성 또는 수용성 물질의 사용은 또한 퍼스널 케어 제품의 재활용성 및 재생성을 향상시킨다. 현재 퍼스널 케어 제품에 사용되는 다양한 열가소성 중합체는 본래적으로는 수분산성 또는 수용성이 아니며, 따라서 쉽게 분해되고 하수도 시스템으로 폐기될 수 있거나 쉽게 재활용될 수 있는 제품을 생산하지 못한다.

[0006] 수세성 개인 위생 제품이 바람직하기 때문에, 다양한 정도의 수-반응성을 갖는 섬유, 부직물, 및 다른 섬유 물품에 대한 요구가 생겨났다. 상기 요구를 해결하기 위한 다양한 접근 방법은, 예를 들어 미국 특허 제 6,548,592호, 제6,552,162호, 제5,281,306호, 제5,292,581호, 제5,935,880호 및 제5,509,913호; 미국 특허 출원 제09/775,312호 및 제09/752,017호; 및 PCT 국제공개 제W0 01/66666 A2호에 기재되어 있다. 그러나, 상기 접근 방법에는 다수의 단점이 있으며, 예컨대 인장 강도, 흡수성, 가요성, 및 습윤 또는 건조 조건 둘 모두에서의 직물 보전성(integrity)의 만족스러운 균형과 같은 성능 특성을 갖는 섬유 또는 부직포와 같은 섬유 물품을 제공하지 않는다.

[0007] 예를 들어, 전형적인 부직 기법은, 수지 결합(binding) 접착제로 처리된 섬유들을 다방향(multidirectional) 침착시켜 강한 보전성 및 다른 바람직한 특성을 갖는 웹을 형성하는 것에 기반한다. 그러나, 생성된 조립품은 일반적으로 불량한 수-반응성을 가져 수세성 용도에는 적합하지 않다. 또한, 결합제(binder)가 존재함으로써 최종 제품에 바람직하지 않은 특성, 예컨대 감소된 시트 습윤성, 증가된 강성, 점착성, 및 더 높은 제조 비용이 초래될 수 있다. 또한, 사용 동안 적정 습윤 강도를 나타내면서 폐기시에 신속히 분산되는 결합제를 제조하기는 어렵다. 따라서, 상기 결합제를 사용하는 부직물 조립품은 주위 조건에서 천천히 분해되거나 체액의 존재하에 적정 미만의 습윤 강도 특성을 가질 수 있다. 이 문제를 해결하기 위해, 예컨대 부가 염을 갖거나 갖지 않는 아크릴산 또는 메타크릴산을 함유하는 격자와 같은 pH 및 이온-민감성 수분산성 결합체가 공지되어 있고, 예를 들어 미국 특허 제6,548,592 B1호에 기재되어 있다. 그러나, 공중 하수도 및 주거 오수정화(septic) 시스템의 이온 농도 및 pH 수준은, 지리적인 위치에 따라 광범위하게 변할 수 있으며 결합제가 가용성 및 분산성이 되기에는 충분하지 않을 수도 있다. 이러한 경우, 섬유 물품은 폐기 후에 분해되지 않으며 배수관 또는 하수 연결관을 막을 수 있다.

[0008] 수분산성 성분 및 열가소성 비-수분산성 성분을 함유하는 다성분 섬유는 예를 들어 미국 특허 제5,916,678호, 제5,405,698호, 제4,966,808호, 제5,525,282호, 제5,366,804호, 제5,486,418호에 기재되어 있다. 예를 들어, 이들 다성분 섬유는 예를 들어 해도(海島; islands-in-the-sea), 쉬스 코어(sheath core), 병립형태(side-by-side), 또는 조각난 파이(segmented pie) 구조와 같이 성형되거나(shaped) 엔지니어링된 횡단면을 갖는 2성분(bicomponent) 섬유일 수 있다. 다성분 섬유를 물 또는 묽은 알칼리 용액으로 처리하여, 수분산성 성분을 용해시켜 버리고 비-수분산성 성분을 극히 작은 미세도(fineness)의 개별적인 독립 섬유로서 남길 수 있다. 그러나, 양호한 수분산성을 갖는 중합체는 종종 생성되는 다성분 섬유에 점착성을 부여하여, 권취 동안 또는 특

히 고온다습한 조건에서 저장한 지 수일 후에 섬유가 서로 달라붙거나, 폐색(block)되거나, 융착(fuse)되게 한다. 융착을 예방하기 위해, 종종 지방산 또는 오일계 마감재를 섬유 표면에 도포한다. 또한, 예를 들어 미국 특허 제6,171,685호에 기재된 바와 같이 종종 큰 비율의 안료 또는 충전제를 수분산성 중합체에 첨가하여 섬유의 융착을 예방한다. 이러한 오일 마감재, 안료, 및 충전제는 추가적인 가공 단계를 필요로 하며 최종 섬유에 바람직하지 않은 특성을 부여할 수 있다. 많은 수분산성 중합체는 또한 그 제거를 위해 알칼리성 용액을 필요로 하는데, 이는 섬유의 다른 중합체 성분의 열화, 예컨대 고유 점도, 강도(tenacity), 및 용융물 강도의 감소를 초래할 수 있다. 게다가, 일부 수분산성 중합체는 고수압직조(hydroentanglement) 동안 물에 노출되는 것을 견딜 수 없어, 부직 웹 및 부직포의 제조에 적합하지 않다.

[0009] 다르게는, 수분산성 성분은 부직 웹 중의 열가소성 섬유를 위한 결합제로서의 역할을 할 수 있다. 물에 노출되면, 섬유와 섬유 사이의 결합은 떨어져서 부직 웹은 그 보전성을 잃고 개별 섬유로 분해된다. 그러나, 이러한 부직 웹의 열가소성 섬유 성분은 수분산성이 아니며 수성 매질 중에 계속 존재하고 있으며, 따라서 결국은 지역의 폐수 처리 공장에서 제거되어야 한다. 고수압직조는, 섬유들을 함께 보유하기 위해 첨가된 결합제를 갖지 않거나 매우 낮은 수준(5중량% 미만)의 결합체를 갖는 분해성 부직포를 제조하는데 사용될 수 있다. 상기 부직포는 폐기시에 분해될 수는 있지만, 수용성 또는 수분산성이 아닌 섬유를 종종 사용하기 때문에 하수 시스템 내에서의 영킴 및 막힘을 초래할 수 있다. 임의의 첨가된 수분산성 결합제는 또한 고수압직조에 의해 최소한으로 영향을 받아야 하며 젤라틴성 빌드업(buildup) 또는 가교결합을 형성하지 않음으로써 직물 취급 또는 하수 관련 문제에 기여해야만 한다.

[0010] 몇몇 수용성 또는 수분산성 중합체가 입수가 가능하지만, 이들은 일반적으로 멜트 블로운 섬유 형성 조작 또는 용융 방사에 일반적으로 적용할 수 없다. 폴리마이닐 알코올, 폴리마이닐 피롤리돈, 및 폴리아크릴산과 같은 중합체는, 적합한 용융 점도가 얻어지는 지점 미만의 온도에서 일어나는 열 분해의 결과로 용융 가공이 가능하지 않다. 고분자량 폴리에틸렌 옥사이드는 적합한 열 안정성을 가질 수 있으나, 중합체 계면에서 고점도 용액을 제공하여 느린 분해 속도를 초래한다. 수분산성 설포폴리에스터는, 예를 들어 미국 특허 제 6,171,685호, 제 5,543,488호, 제5,853,701호, 제4,304,901호, 제6,211,309호, 제5,570,605호, 제6,428,900호, 및 제3,779,993호에 기재되어 있다. 그러나, 전형적인 설포폴리에스터는, 파단되거나 부스러지지 않는 물질의 물을 수득하는 권취 조작을 견딜 가요성이 결여되고 취성인 저분자량 열가소물이다. 또한, 설포폴리에스터는 필름 또는 섬유로 가공하는 동안 폐색이나 융착을 나타낼 수 있어, 이를 피하기 위해 오일 마감재 또는 다량의 안료 또는 충전제의 사용을 필요로 할 수 있다. 저분자량 폴리에틸렌 옥사이드(더 통상적으로는 폴리에틸렌 글리콜로 알려져 있음)는 섬유 용도를 위해 요구되는 물성을 갖지 않는 약한/취성 중합체이다. 공지된 수용성 중합체로부터 용액 기법을 통하여 섬유를 형성하는 것이 하나의 대안이지만, 용매, 특히 물을 제거하는 복잡성이 더해져, 제조 비용을 증가시킨다.

[0011] 따라서, 적절한 인장 강도, 흡수성, 가요성, 및 습기 존재 하에, 특히 인간 체액에 노출 시 직물 보전성을 나타내는 수분산성 섬유 및 그로부터 제조된 섬유 물품에 대한 요구가 있다. 또한, 결합제를 필요로 하지 않고 주거나 또는 지역 하수 시스템에 완전히 분산되거나 용해되는 섬유 물품이 필요하다. 잠재적인 용도는 멜트 블로운 웹, 스펀본드 직물, 고수압직조된 직물, 습식-레이드(wet-laid) 부직포, 건식-레이드(dry-laid) 부직포, 2성분 섬유 성분, 접착 촉진층, 셀룰로스용 결합제, 수세성 부직포 및 필름, 용해가능한 결합제 섬유, 보호층, 및 물에 방출 또는 용해될 활성 성분용 담체를 포함하나 그에 한정되지 않는다. 또한, 방사 조작 동안 필라멘트의 지나친 폐색 또는 융착을 나타내지 않고, 중성 또는 약산성 pH에서 뜨거운 물에 의해 용이하게 제거되고, 부직포 제조를 위한 고수압직조 공정에 적합한 수분산성 성분을 갖는 다성분 섬유에 대한 요구가 있다. 이들 다성분 섬유는 다양한 제품을 제조하는데 사용될 수 있는 극세사를 제조하는데 이용될 수 있다. 다른 압출가능한 용융 방사 섬유상 물질이 또한 가능하다.

발명의 내용

[0012] 본 발명자들은 뜻밖에 설포폴리에스터로부터 가요성 수분산성 섬유가 제조될 수 있음을 발견했다. 따라서 본 발명은,

[0013] (A) 25°C 이상의 유리 전이 온도 (T_g)를 갖고,

[0014] (i) 다이카복실산 잔기 하나 이상;

- [0015] (ii) 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설포네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설포단량체 잔기 하나 이상;
- [0016] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및
- [0017] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화(branching) 단량체 잔기
- [0018] 를 포함하는 설포폴리에스터;
- [0019] (B) 임의적으로, 상기 설포폴리에스터와 블렌딩되는 수분산성 중합체; 및
- [0020] (C) 임의적으로, 상기 설포폴리에스터와 블렌딩되는 비-수분산성 중합체
- [0021] (단, 이때, 블렌드는 비혼화성(immiscible) 블렌드임)
- [0022] 를 포함하고, 섬유의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유하는 수분산성 섬유를 제공한다.
- [0023] 본 발명의 섬유는 물에 신속하게 분산되거나 용해되며 멜트-블로우잉 또는 용융 방사에 의해 제조될 수 있는 1 성분(unicomponent) 섬유일 수 있다. 상기 섬유는 단일 설포폴리에스터 또는 설포폴리에스터와 수분산성 또는 비-수분산성 중합체의 블렌드로부터 제조될 수 있다. 따라서, 본 발명의 섬유는, 임의적으로, 상기 설포폴리에스터와 블렌딩되는 수분산성 중합체를 포함할 수 있다. 또한, 상기 섬유는 상기 설포폴리에스터와 블렌딩되는 비-수분산성 중합체를 임의적으로 포함할 수 있지만, 단, 이때, 블렌드는 비혼화성 블렌드이다. 본 발명은 또한 본 발명의 수분산성 섬유를 포함하는 섬유 물품을 포함한다. 따라서, 본 발명의 섬유는 다양한 섬유 물품, 예컨대 양(yarn), 멜트-블로우 웹, 스펠본딩된 웹, 및 수분산성 또는 수세성 부직포를 제조하는 데 사용될 수 있다. 본 발명의 주된 섬유는 또한 천연 또는 합성 섬유와 종이, 부직 웹 및 텍스타일 양과 함께 블렌딩될 수 있다.
- [0024] 본 발명의 또 다른 양태는,
- [0025] (A) 25°C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖고,
- [0026] (i) 전체 산 잔기 기준으로 약 50 내지 약 96몰%의, 아이소프탈산 또는 테레프탈산 잔기 하나 이상;
- [0027] (ii) 전체 산 잔기 기준으로 약 4 내지 약 30몰%의 소디오설포아이스프탈산 잔기;
- [0028] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및
- [0029] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 20몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기
- [0030] 를 포함하는 설포폴리에스터;
- [0031] (B) 임의적으로, 상기 설포폴리에스터와 블렌딩되는 제 1 수분산성 중합체; 및
- [0032] (C) 임의적으로, 상기 설포폴리에스터와 블렌딩되어 블렌드를 형성하는 비-수분산성 중합체
- [0033] (단, 이때, 블렌드는 비혼화성 블렌드임)
- [0034] 를 포함하는 수분산성 섬유이되,
- [0035] 상기 섬유는 섬유의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다.
- [0036] 본 발명의 수분산성 섬유 물품은 퍼스널 케어 제품, 예를 들어 와이프, 거즈, 티슈, 기저귀, 트레이닝 팬츠, 생리대, 붕대, 상처 케어(wound care), 및 외과용 드레싱을 포함한다. 본 발명의 섬유 물품은 수분산성일 뿐만 아니라, 수세성이다. 즉, 주거 및 지역 하수 시스템 중의 폐기와 양립가능하며 적합하다.
- [0037] 또한, 본 발명은 수분산성 설포폴리에스터 및 하나 이상의 비-수분산성 중합체를 포함하는 다성분 섬유를 제공한다. 상기 섬유는, 개재된 설포폴리에스터에 의해 상기 비-수분산성 중합체가 서로 실질적으로 단리되어 있는 단편으로서 존재하고, 상기 설포폴리에스터는 상기 비-수분산성 단편에 대한 결합제 또는 캡슐화 매트릭스로서

작용하는 엔지니어링된 기하구조를 갖는다. 따라서, 본 발명의 또 다른 양태는, 성형된 단편을 갖고,

[0038] (A) 57°C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖고,

[0039] (i) 다이카복실산 잔기 하나 이상;

[0040] (ii) 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설포네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설포단량체 잔기 하나 이상;

[0041] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n 은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및

[0042] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기

[0043] 를 포함하는 수분산성 설포폴리에스터; 및

[0044] (B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 단편들

[0045] 을 포함하는 다성분 섬유이며,

[0046] 이때 상기 단편들은 상기 단편들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고, 상기 섬유는 섬유의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다.

[0047] 상기 설포폴리에스터는 57°C 이상의 유리 전이 온도를 가져 권취 및 장기간 저장 동안 섬유의 폐색 및 용착을 크게 감소시킨다.

[0048] 상기 설포폴리에스터는 상기 다성분 섬유를 물과 접촉시키는 것에 의해 제거될 수 있고 상기 비-수분산성 단편이 극세사로서 남는다. 따라서, 본 발명은 또한,

[0049] (A) 57°C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖는 수분산성 설포폴리에스터 및 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 다성분 섬유로 방사하는 단계; 및

[0050] (B) 다성분 섬유를 물과 접촉시켜 상기 설포폴리에스터를 제거함으로써 극세사를 형성하는 단계

[0051] 를 포함하는, 극세사의 제조 방법을 제공하며,

[0052] 이때 상기 설포폴리에스터는,

[0053] (i) 전체 산 잔기 기준으로 약 50 내지 약 96몰%의, 아이소프탈산 또는 테레프탈산 잔기 하나 이상;

[0054] (ii) 전체 산 잔기 기준으로 약 4 내지 약 30몰%의, 소디오설포아이소프탈산 잔기;

[0055] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n 은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및

[0056] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 20몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기

[0057] 를 포함하고,

[0058] 상기 섬유는, 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 단편들을 포함하고, 상기 단편들은 상기 단편들 사이에 개재된 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고, 상기 섬유는 섬유의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다.

[0059] 상기 비-수분산성 중합체는, DIN 표준 54900에 의해 결정되는 바와 같은 생해체성(biodisintegratable) 및/또는 ASTM 표준 방법 D6340-98에 의해 결정되는 바와 같은 생분해성(biodegradable)일 수 있다. 또한 상기 다성분 섬유는, 섬유의 하나 이상의 층을 포함할 수 있는 얇은, 직물, 멜트-블로운 웹, 스펀-본딩된 웹, 또는 부직포와 같은 섬유 물품을 제조하는데 사용될 수 있다. 또한, 상기 섬유 물품을 물과 접촉시켜, 극세사를 함유하는 섬유 물품을 제조할 수 있다.

[0060] 따라서, 본 발명의 또 다른 양태는,

- [0061] (A) 57℃ 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖는 수분산성 설폴리테스 및 상기 설폴리테스와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 다성분 섬유로 방사하는 단계;
- [0062] (B) 상기 단계 (A)의 상기 다성분 섬유를 겹치고 수집하여 부직 웹을 형성하는 단계; 및
- [0063] (C) 상기 부직 웹을 물과 접촉시켜 상기 설폴리테스를 제거함으로써 극세사 웹을 형성하는 단계를 포함하는 극세사 웹의 제조 방법이며,
- [0064] 이때 상기 설폴리테스는,
- [0065] (i) 전체 산 잔기 기준으로 약 50 내지 약 96몰%의, 아이소프탈산 또는 테레프탈산 잔기 하나 이상;
- [0066] (ii) 전체 산 잔기 기준으로 약 4 내지 약 30몰%의 소디오설폴리테스 잔기;
- [0067] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n 은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및
- [0068] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 20몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기를 포함하고,
- [0069] 상기 다성분 섬유는 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 단편들을 갖고, 상기 단편들은 상기 단편들 사이에 개재된 설폴리테스에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있으며, 상기 섬유는 섬유의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다.
- [0070] 본 발명은 또한,
- [0071] (A) (i) 25℃ 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖고,
- [0072] (a) 다이카복실산 잔기 하나 이상;
- [0073] (b) 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 금속 설폴리테스 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설폴리테스 잔기 하나 이상;
- [0074] (c) 전체 다이올 잔기 기준으로 20몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n 은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및
- [0075] (d) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기를 포함하는 설폴리테스;
- [0076] (ii) 임의적으로, 상기 설폴리테스와 블렌딩되는 수분산성 중합체; 및
- [0077] (iii) 임의적으로, 상기 설폴리테스와 블렌딩되어 블렌드를 형성하는 비-수분산성 중합체(단, 이때, 블렌드는 비혼화성 블렌드임)
- [0078] 를 포함하고, 중합체 조성물의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유하는 수분산성 중합체 조성물을 그의 유동점보다 높은 온도로 가열하는 단계;
- [0079] (B) 필라멘트를 용융 방사하는 단계; 및
- [0080] (C) 상기 단계 (B)의 필라멘트를 겹치고 수집하여 부직 웹을 형성하는 단계를 포함하는, 수분산성 부직포의 제조 방법을 제공한다.
- [0081] 본 발명의 또 다른 양태에서, 성형된 단면을 갖고,
- [0082] (A) 수분산성 설폴리테스 하나 이상; 및
- [0083] (B) 상기 설폴리테스와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 극세사 도메인들을 포함하는 다성분 섬유가 제공되며, 이때 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설폴리테스

에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고,

- [0090] 상기 섬유는 약 6 데니어/필라멘트(dpf) 미만의 방사(as-spun) 데니어를 가지고; 상기 수분산성 설포폴리에스터는 240℃에서 1rad/sec의 변형률(strain rate)로 측정 시 약 12,000포아즈(poise) 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 약 25몰% 미만의 설포단량체 잔기 하나 이상을 포함한다.
- [0091] 본 발명의 또 다른 양태에서, 성형된 단면을 갖고,
- [0092] (A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상; 및
- [0093] (B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 도메인들을 포함하는 다성분 압출물이 제공되며, 이때 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고, 상기 압출물은 약 2000m/min 이상의 속도로 용융 연신(melt draw)될 수 있다.
- [0095] 본 발명의 또 다른 양태에서, 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상 및 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 방사하는 것을 포함하는, 성형된 단면을 갖는 다성분 섬유의 제조 방법이 제공되며, 이때 상기 다성분 섬유는, 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 포함하고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고; 상기 다성분 섬유는 약 6dpf 미만의 방사 데니어를 가지고; 상기 수분산성 설포폴리에스터는 240℃에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 약 12,000포아즈 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 약 25몰% 미만의 설포단량체 잔기 하나 이상을 포함한다.
- [0096] 본 발명의 또 다른 양태에서, 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상 및 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 압출하여 다성분 압출물을 제조하는 단계; 및 상기 다성분 압출물을 약 2000m/min의 속도로 용융 연신하여 다성분 섬유를 제조하는 단계를 포함하는, 성형된 단면을 갖는 다성분 섬유의 제조 방법이 제공되며, 이때 상기 다성분 압출물은, 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 포함하고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있다.
- [0097] 또 다른 양태에서, 본 발명은,
- [0098] (A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상 및 상기 수분산성 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 다성분 섬유로 방사하는 단계; 및
- [0099] (B) 상기 다성분 섬유를 물과 접촉시켜 상기 수분산성 설포폴리에스터를 제거함으로써 상기 비-수분산성 중합체의 극세사를 형성하는 단계
- [0100] 를 포함하는 극세사 제조 방법을 제공하며,
- [0101] 이때 상기 다성분 섬유는, 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 갖고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고; 상기 다성분 섬유는 약 6dpf 미만의 방사 데니어를 갖고; 상기 수분산성 설포폴리에스터는 240℃에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 약 12,000포아즈 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 약 25몰% 미만의 설포단량체 잔기 하나 이상을 포함한다.
- [0102] 또 다른 양태에서, 본 발명은,
- [0103] (A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상 및 상기 수분산성 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 압출하여 다성분 압출물을 제조하는 단계;
- [0104] (B) 상기 다성분 압출물을 약 2000m/min의 속도로 용융 연신하여 다성분 섬유를 형성하는 단계; 및
- [0105] (C) 상기 다성분 섬유를 물과 접촉시켜 상기 수분산성 설포폴리에스터를 제거함으로써 상기 비-수분산성 중합체의 극세사를 형성하는 단계
- [0106] 를 포함하는, 극세사 제조 방법을 제공하며,
- [0107] 이때 상기 다성분 압출물은, 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 갖고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있다.
- [0108] 본 발명의 또 다른 양태에서,

- [0109] (A) 수분산성 셀로폴리에스터 하나 이상 및 상기 셀로폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 다성분 섬유로 방사하는 단계;
- [0110] (B) 상기 단계 (A)의 다성분 섬유를 수집하여 부직 웹을 형성하는 단계; 및
- [0111] (C) 상기 부직 웹을 물과 접촉시켜 상기 셀로폴리에스터를 제거함으로써 극세사 웹을 형성하는 단계
- [0112] 를 포함하는 극세사 웹의 제조 방법이 제공되며,
- [0113] 이때 상기 다성분 섬유는 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 갖고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 수분산성 셀로폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고; 상기 다성분 섬유는 약 6dpf 미만의 방사 테니어를 갖고; 상기 수분산성 셀로폴리에스터는 240℃에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 약 12,000포아즈 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 약 25몰% 미만의 셀로단량체 잔기 하나 이상을 포함한다.
- [0114] 본 발명의 또 다른 양태에서,
- [0115] (A) 수분산성 셀로폴리에스터 하나 이상 및 상기 셀로폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 압출하여 다성분 압출물을 제조하는 단계;
- [0116] (B) 상기 다성분 압출물을 약 2000m/min의 속도로 용융 연신하여 다성분 섬유를 형성하는 단계;
- [0117] (C) 상기 단계 (B)의 상기 다성분 섬유를 수집하여 부직 웹을 형성하는 단계; 및
- [0118] (D) 상기 부직 웹을 물과 접촉시켜 상기 셀로폴리에스터를 제거함으로써 극세사 웹을 형성하는 단계
- [0119] 를 포함하는, 극세사 웹의 제조 방법이 제공되며,
- [0120] 이때 상기 다성분 압출물은 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 갖고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 셀로폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있다.
- [0121] 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 하기 단계 (a) 내지 (f)를 포함하는 비-수분산성 중합체 극세사의 제조 방법이 제공된다:
- [0122] (a) 다성분 섬유를 절단된 다성분 섬유로 절단하는 단계;
- [0123] (b) 상기 절단된 다성분 섬유를 포함하는 섬유-함유 공급원료를 물과 접촉시켜, 섬유 혼합물 슬러리를 제조하는 단계;
- [0124] (c) 상기 섬유 혼합물 슬러리를 가열하여 가열된 섬유 혼합물 슬러리를 제조하는 단계;
- [0125] (d) 임의적으로, 상기 섬유 혼합물 슬러리를 전단 대역에서 혼합하는 단계;
- [0126] (e) 상기 다성분 섬유로부터 셀로폴리에스터의 적어도 일부를 제거하여, 셀로폴리에스터 분산액 및 상기 비-수분산성 중합체 극세사를 포함하는 슬러리 혼합물을 제조하는 단계; 및
- [0127] (f) 상기 슬러리 혼합물로부터 상기 비-수분산성 중합체 극세사를 분리하는 단계.
- [0128] 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 하나 이상의 비-수분산성 중합체를 포함하고 5 μ m 미만의 등가 직경 ((equivalent diameter)) 및 25mm 미만의 길이를 갖는 비-수분산성 중합체 극세사가 제공된다.
- [0129] 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 하기 단계 (a) 및 (b)를 포함하는 상기 비-수분산성 중합체 극세사로부터의 부직포 제품의 제조 방법이 제공된다:
- [0130] (a) 다성분 섬유로부터 제조된 비-수분산성 중합체 극세사를 제공하는 단계; 및
- [0131] (b) 습식-레이드 공정 또는 건식-레이드 공정을 이용하여 부직포 물품을 제조하는 단계.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0132] 본 발명은, 습기의 존재 하에, 특히 인간 체액에 노출 시 인장 강도, 흡수성, 가요성, 및 직물 보전성을 나타내는 수분산성 섬유 및 섬유 물품을 제공한다. 본 발명의 섬유 및 섬유 물품은 가공 동안 섬유의 폐색 또는 용착을 예방하기 위해 오일, 왁스, 또는 지방산 마감제의 존재나 다량(전형적으로 10중량% 이상)의 안료 또는 충전

제의 사용을 필요로 하지 않는다. 또한, 본 발명의 신규한 섬유로부터 제조된 섬유 물품은 결합제를 필요로 하지 않으며 가정 또는 공중 하수 시스템에 쉽게 분산되거나 용해된다.

[0133] 일반적인 실시양태에서, 본 발명은, 25°C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖고, 하기 (A) 내지 (D)를 포함하는 설포폴리에스터를 포함하는 수분산성 섬유를 제공한다:

[0134] (A) 다이카복실산 잔기 하나 이상;

[0135] (B) 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설포네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설포단량체 잔기 하나 이상;

[0136] (C) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n 은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및

[0137] (D) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기.

[0138] 본 발명의 섬유는 임의적으로, 상기 설포폴리에스터와 블렌딩되는 수분산성 중합체, 및 임의적으로, 상기 설포폴리에스터와 블렌딩되는 비-수분산성 중합체(단, 이때, 블렌드는 비혼화성 블렌드임)를 포함할 수 있다. 본 발명의 섬유는 상기 섬유의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다. 본 발명은 또한, 상기 섬유를 포함하는 섬유 물품을 포함하며, 이는 퍼스널 케어 제품, 예컨대 와이프, 거즈, 티슈, 기저귀, 성인 실금 브리프, 트레이닝 팬츠, 생리대, 붕대, 및 외과용 드레싱을 포함할 수 있다. 상기 섬유 물품은 섬유의 하나 이상의 흡수성 층을 가질 수 있다.

[0139] 본 발명의 섬유는 1성분 섬유, 2성분 또는 다성분 섬유일 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 섬유는 단일 설포폴리에스터 또는 설포폴리에스터 블렌드를 용융 방사함으로써 제조될 수 있고, 성형된 단면을 갖는 스테이플, 모노필라멘트, 및 멀티필라멘트 섬유를 포함할 수 있다. 또한, 본 발명은 예를 들어 미국 특허 제5,916,678호에 기재된 바와 같은 다성분 섬유를 제공하며, 이는, 상기 설포폴리에스터 및 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을, 성형되거나 엔지니어링된 횡단 기하구조, 예를 들어 "해도", 쉬스-코어, 병립 형태, 또는 조각난 파이 구조를 갖는 방사구(spinnerette)를 통해 개별적으로 압출함으로써 제조될 수 있다. 이후 계면층 또는 파이 조각을 용해시킴으로써 설포폴리에스터를 제거하여 상기 비-수분산성 중합체의 더 작은 필라멘트 또는 극세사를 남길 수 있다. 상기 비-수분산성 중합체의 섬유는, 상기 설포폴리에스터를 제거하기 전의 다성분 섬유보다 훨씬 작은 섬유 크기를 갖는다. 예를 들어, 설포폴리에스터 및 비-수분산성 중합체는, 단편화된 방사구 플레이트로 중합체를 도입시키는 중합체 분배 시스템으로 공급될 수 있다. 상기 중합체는 섬유 방사구로의 개별적인 경로를 따라가며, 2개의 동심원 구멍을 포함함으로써 쉬스-코어형 섬유를 제공하는 방사구 구멍에서, 또는 직경을 따라 여러 부분으로 분할된 원형 방사구 구멍에서 조합되어 병립형(side-by-side) 섬유를 제공한다. 다르게는, 비혼화성 수분산성 설포폴리에스터 및 비-수분산성 중합체를, 복수의 방사상 채널을 갖는 방사구로 개별적으로 도입하여, 조각난 파이 단면을 갖는 다성분 섬유를 제조할 수 있다. 전형적으로, 상기 설포폴리에스터는 쉬스 코어 구조의 "쉬스" 성분을 형성할 것이다. 복수의 단편을 갖는 섬유 단면에서, 상기 비-수분산성 단편은 전형적으로 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있다. 다르게는, 다성분 섬유는, 상기 설포폴리에스터 및 비-수분산성 중합체를 개별 압출기에서 용융시키고, 상기 중합체의 흐름을, 작은 얇은 관 또는 단편 형태의 복수의 분배 흐름 경로를 갖는 하나의 방사구로 유도하여, 해도 형태의 단면을 갖는 섬유를 제공함으로써 형성될 수 있다. 이러한 방사구의 한 예가 미국 특허 제5,366,804호에 기재되어 있다. 본 발명에서, 전형적으로, 상기 설포폴리에스터는 "바다" 성분을 형성하고 상기 비-수분산성 중합체는 "섬" 성분을 형성한다.

[0140] 달리 지시하지 않는 한, 명세서 및 특허청구범위에서 사용되는 성분의 양, 분자량과 같은 특성, 반응 조건 등을 나타내는 모든 숫자는 모든 경우에 "약"이라는 용어로 변형되는 것으로 이해해야 한다. 따라서, 달리 지시하지 않는 한, 하기 명세서 및 첨부된 특허청구범위에 제시되는 수치 변수는 본 발명에 의해 추구되는 목적하는 특성에 따라 변할 수 있는 근사치이다. 적어도, 각각의 수치 변수는 보고된 유효 숫자의 개수에 비추어 통상의 어림 기법을 적용하여 해석되어야 한다. 또한, 본 개시내용 및 특허청구범위에 언급되는 범위는 끝값(들)만이 아닌 전체 범위를 구체적으로 포함하도록 의도된 것이다. 예를 들어, 0 내지 10으로 언급된 범위는 0과 10 사이의 모든 정수, 예컨대 1, 2, 3, 4 등; 0과 10 사이의 모든 분수, 예를 들어 1.5, 2.3, 4.57, 6.1113 등; 및 끝값인 0 및 10을 개시하는 것으로 의도된다. 또한, 화학 치환기와 관련된 범위, 예를 들어 "C1 내지 C5 탄화수소"는, C1 및 C5 탄화수소뿐만 아니라 C2, C3, 및 C4 탄화수소를 구체적으로 포함하고 개시하는 것으로 의도된

다.

- [0141] 본 발명의 넓은 범위를 제시하는 수치 범위 및 변수가 근사치이기는 하지만, 구체적인 실시예에 제시되는 수치 값은 가능한 한 정확하게 보고된다. 그러나, 모든 수치값은 그 각각의 시험 측정에서 발견되는 표준 편차로 인해 필연적으로 발생하는 특정한 오차를 본질적으로 포함한다.
- [0142] 본 발명의 1성분 섬유 및 본 발명의 1성분 섬유로 제조된 섬유 물품은 수분산성이고, 전형적으로, 실온에서 완전히 분산된다. 그의 분산성 또는 부직포 또는 다성분 섬유로부터의 제거 속도를 촉진시키기 위해 더 높은 수 온을 이용할 수 있다. 본원에서 1성분 섬유 및 1성분 섬유로부터 제조된 섬유 물품과 관련하여 사용된 "수분산성(water-dispersible, hydrodispersible)"이란 용어는, "수방산성(water-dissipatable)", "수해체성(water-disintegratable)", "수용해성(water-dissolvable)", "수해산성(water-dispellable)", "수용성(water soluble, hydrosoluble)" 및 "수제거성(water-removable)"이란 용어들과 동의어로 의도되며, 섬유 또는 섬유 물품이 물의 작용에 의해 분산되거나 용해되는 것을 의미하는 것으로 의도된다. "분산된", "분산성", "방산", 또는 "방산성"이란 용어는, 충분한 양의 탈이온수(예컨대 100:1 물:섬유 중량비)를 이용하여 섬유 또는 섬유 물품의 묽은 현탁액 또는 슬러리를 형성하면, 상기 섬유 또는 상기 섬유 물품이 약 60℃의 온도에서 5일 이하의 기간 내에, 예컨대 여과 또는 증발에 의해 물을 제거 시 매질로부터 인식가능한 필라멘트를 회수할 수 없을 정도로 매질 전체에 분포된 복수의 비간섭성 조각 또는 입자로 용해, 분해, 또는 분리됨을 의미한다. 따라서, 본원에서 사용되는 "수분산성"이란 용어는, 물에 단순히 풀어져서 물 중의 섬유의 슬러리를 생성하되 물의 제거에 의해 회수될 수 있는, 영키거나 결합되었지만 수불용성 또는 비분산성인 섬유의 집합체의 단순한 해체를 포함하는 것으로 의도되지 않는다. 본 발명의 문맥에서, 상기 용어 모두는 물 또는 물과 수혼화성 공용매의 혼합물이 본원에 기술된 설포폴리에스터에 미치는 작용을 지칭한다. 이러한 수혼화성 공용매의 예는 알코올, 케톤, 글리콜 에터, 에스터 등을 포함한다. 상기 용어는 설포폴리에스터가 용해되어 진성 용액을 형성하는 조건 뿐만 아니라 설포폴리에스터가 수성 매질 중에 분산되는 조건도 포함하도록 의도된 것이다. 종종, 설포폴리에스터 조성물의 통계학적인 성질로 인해, 단일 설포폴리에스터 샘플이 수성 매질 중에 놓일 때 가용성 분획 및 분산된 분획을 가질 수 있다.
- [0143] 유사하게, 다성분 섬유 또는 섬유 물품의 하나의 성분으로서의 설포폴리에스터와 관련하여 본원에서 사용되는 "수분산성"이란 용어도, "수방산성", "수분해성", "수용해성", "수해산성", "수용성" 및 "수제거성"이란 용어들과 동의어인 것으로 의도되며, 설포폴리에스터 성분이 다성분 섬유로부터 충분히 제거되고 물의 작용에 의해 분산 또는 용해되어 그에 함유된 비-수분산성 섬유의 방출 및 분리를 가능하게 함을 의미하는 것으로 의도된다. "분산된", "분산성", "방산", 또는 "방산성"이란 용어는, 충분한 양의 탈이온수(예컨대 100:1 물:섬유 중량비)를 이용하여 섬유 또는 섬유 물품의 묽은 현탁액 또는 슬러리를 형성하면, 약 60℃의 온도에서 5일 이하의 기간 내에 설포폴리에스터 성분이 다성분 섬유로부터 용해, 분해, 또는 분리되어 비-수분산성 단편으로부터의 복수의 극세사를 남기는 것을 의미한다.
- [0144] 다성분 섬유의 성형된 단면을 기술하는 데 사용되는 "단편" 또는 "도메인" 또는 "대역"이라는 용어는, 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 단면 내의 영역을 지칭하며, 여기서 상기 도메인들 또는 단편들은 상기 단편들 또는 도메인들 사이에 개재된 수분산성 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 분리되어 있다. 본원에서 사용되는 "실질적으로 격리된"이란 용어는, 단편들 또는 도메인들이 서로 떨어져 있어서, 설포폴리에스터의 제거시에 상기 단편들 또는 상기 도메인들이 개별적인 섬유를 형성하도록 허용함을 의미하는 것으로 의도된다. 상기 단편들, 상기 도메인들 또는 상기 대역들은 유사한 크기 및 형태이거나 다양한 크기 및 형태일 수 있다. 다시, 단편 또는 도메인 또는 대역은 임의의 구조로 배열될 수 있다. 상기 단편들, 상기 도메인들 또는 상기 대역들은 다성분 압출물 또는 섬유의 길이를 따라 "실질적으로 연속적"이다. "실질적으로 연속적"이란 용어는, 다성분 섬유의 적어도 10cm 길이를 따라 연속적임을 의미한다. 다성분 섬유의 상기 단편, 도메인, 또는 대역은 수분산성 설포폴리에스터가 제거될 때 비-수분산성 중합체 극세사를 생성한다.
- [0145] 본 개시내용 내에서 언급되는 바와 같이, 상기 다성분 섬유의 성형된 단면은, 예를 들어 스위스 코어, 해도, 조각난 파이프, 속이 빈 조각난 파이프, 중심에서 벗어나게 조각난 파이프 등의 형태일 수 있다.
- [0146] 본 발명의 수분산성 섬유는 폴리에스터로부터, 또는 더 구체적으로는, 다이카복실산 단량체 잔기, 설포단량체 잔기, 다이올 단량체 잔기 및 반복 단위를 포함하는 설포폴리에스터로부터 제조된다. 설포단량체는 다이카복실산, 다이올, 또는 하이드록시카복실산일 수 있다. 따라서, 본원에서 사용되는 "단량체 잔기"라는 용어는, 다이카복실산, 다이올, 또는 하이드록시카복실산의 잔기를 의미한다. 본원에서 사용되는 "반복 단위"란, 카보닐옥시기를 통해 결합된 2개의 단량체 잔기를 갖는 유기 구조물을 의미한다. 본 발명의 설포폴리에스터는 실질적으

로 같은 몰 비율의 산 잔기(100몰%) 및 다이올 잔기(100몰%)를 함유하며, 이들은, 반복 단위의 총 몰이 100몰%가 되도록 실질적으로 같은 비율로 반응한다. 따라서, 본 개시내용에서 제공되는 몰 백분율은 산 잔기의 전체 몰, 다이올 잔기의 전체 몰, 또는 반복 단위의 전체 몰을 기준으로 할 수 있다. 예를 들어, 전체 반복 단위 기준으로, 다이카복실산, 다이올 또는 하이드록시카복실산일 수 있는 설포단량체를 30몰% 함유하는 설포폴리에스터란, 설포폴리에스터가 전체 100몰%의 반복 단위 중에서 30몰%의 설포단량체를 함유한다는 것을 의미한다. 그러므로, 100몰의 반복 단위 당 30몰의 설포단량체 잔기가 있는 것이다. 마찬가지로, 전체 산 잔기 기준으로 30몰%의 다이카복실산 설포단량체를 함유하는 설포폴리에스터란, 설포폴리에스터가 전체 100몰%의 산 잔기 중에서 30몰%의 설포단량체를 함유한다는 것을 의미한다. 그러므로, 이러한 후자의 경우에, 모든 100몰의 산 잔기 중에서 30몰의 설포단량체 잔기가 있는 것이다.

[0147] 본원에 기술되는 설포폴리에스터는, 25°C에서 60/40중량부의 페놀/테트라클로로에테인 용매의 100mL 용액 중의 설포폴리에스터 약 0.5g의 농도에서 측정 시 약 0.1dL/g 이상, 바람직하게는 약 0.2 내지 0.3dL/g, 가장 바람직하게는 약 0.3dL/g보다 큰, 이후 "Ih.V."로 약칭하는 고유 점도를 갖는다. 본원에서 사용되는 "폴리에스터"란 용어는, "호모폴리에스터" 및 "코폴리에스터" 둘 모두를 포괄하며, 2작용성 카복실산과 2작용성 하이드록실 화합물의 중축합에 의해 제조된 합성 중합체를 의미한다. 본원에서 사용되는 "설포폴리에스터"란 용어는, 설포단량체를 포함하는 임의의 폴리에스터를 의미한다. 전형적으로 2작용성 카복실산은 다이카복실산이고 2작용성 하이드록실 화합물은 2가 알코올, 예컨대 글리콜 및 다이올이다. 다르게는, 2작용성 카복실산은 하이드록시 카복실산, 예컨대 p-하이드록시벤조산일 수 있고, 2작용성 하이드록실 화합물은 예를 들어 하이드로퀴논과 같은 2개의 하이드록시 치환기를 갖는 방향족 핵일 수 있다. 본원에서 사용하는 "잔기"라는 용어는, 대응하는 단량체를 수반하는 중축합 반응을 통해 중합체에 통합되는 임의의 유기 구조체를 의미한다. 그러므로, 다이카복실산 잔기는, 다이카복실산 단량체 또는 그의 관련된 산 할라이드, 에스터, 염, 무수물, 또는 그의 혼합물로부터 유도될 수 있다. 따라서, 본원에서 사용되는 다이카복실산이란 용어는, 다이올과의 중축합 공정으로 고분자량 폴리에스터를 제조하는 데 유용한 다이카복실산 및 그의 관련된 산 할라이드, 에스터, 염, 반(half)염, 무수물, 혼합된 무수물, 또는 이들의 혼합물을 비롯한 다이카복실산의 임의의 유도체를 의미한다.

[0148] 본 발명의 설포폴리에스터는 하나 이상의 다이카복실산 잔기를 포함한다. 설포단량체의 유형 및 농도에 따라, 다이카복실산 잔기는 산 잔기의 약 60 내지 약 100몰%를 차지할 수 있다. 다이카복실산 잔기의 농도 범위의 다른 예는 약 60몰% 내지 약 95몰%, 및 약 70몰% 내지 약 95몰%이다. 사용될 수 있는 다이카복실산의 예는 지방족 다이카복실산, 지환족 다이카복실산, 방향족 다이카복실산, 또는 둘 이상의 상기 산의 혼합물을 포함한다. 그러므로, 적합한 다이카복실산은 석신산; 글루타르산; 아디프산; 아젤라산; 세바크산; 퓨마르산; 말레산; 이타콘산; 1,3-사이클로헥세인다이카복실산; 1,4-사이클로헥세인다이카복실산; 다이글리콜산; 2,5-노보네인다이카복실산; 프탈산; 테레프탈산; 1,4-나프탈렌다이카복실산; 2,5-나프탈렌다이카복실산; 다이펜산; 4,4'-옥시다이벤조산; 4,4'-설포닐다이벤조산; 및 아이소프탈산을 포함하나 그에 한정되지 않는다. 바람직한 다이카복실산 잔기는 아이소프탈산, 테레프탈산, 및 1,4-사이클로헥세인다이카복실산이거나, 다이에스터가 사용될 경우, 다이메틸 테레프탈레이트, 다이메틸 아이소프탈레이트, 및 다이메틸-1,4-사이클로헥세인다이카복실레이트이며, 아이소프탈산 및 테레프탈산 잔기가 특히 바람직하다. 다이카복실산 메틸 에스터가 가장 바람직한 실시양태이지만, 에틸, 프로필, 아이소프로필, 뷰틸 등과 같은 더 고급 알킬 에스터를 포함하는 것을 허용할 수 있다. 또한, 방향족 에스터, 특히 페닐이 또한 사용될 수 있다.

[0149] 상기 설포폴리에스터는 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설포네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합된 작용기 2개를 갖는 설포단량체 잔기 하나 이상을 포함한다. 상기 설포단량체 잔기에 대한 농도 범위의 추가적인 예는 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 35몰%, 약 8 내지 약 30몰%, 및 약 8 내지 약 25몰%이다. 상기 설포단량체는, 설포네이트기를 함유하는 다이카복실산 또는 그의 에스터, 설포네이트기를 함유하는 다이올, 또는 설포네이트기를 함유하는 하이드록시 산일 수 있다. "설포네이트"란 용어는, " $-SO_3M$ "(이때M은 설포네이트염의 양이온임)의 구조를 갖는 설포산의 염을 지칭한다. 설포네이트염의 양이온은 Li^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{++} , Ca^{++} , Ni^{++} , Fe^{++} 등과 같은 금속 이온일 수 있다. 다르게는, 설포네이트염의 양이온은, 예를 들어 미국 특허 제 4,304,901호에 기재된 바와 같은 질소성 염기와 같은 비금속성일 수 있다. 질소계 양이온은 지방족, 지환족, 또는 방향족 화합물일 수 있는 질소-함유 염기로부터 유도된다. 이러한 질소-함유 염기의 예는 암모니아, 다이메틸에탄올아민, 다이에탄올아민, 트라이에탄올아민, 피리딘, 모폴린, 및 피페리딘을 포함한다. 질소계 설포네이트염을 함유하는 단량체는, 중합체를 용융물로 제조하는데 요구되는 조건에서 열적으로 안정하지 않기 때문에, 질소계 설포네이트염 기를 함유하는 설포폴리에스터를 제조하는 본 발명의 방법은, 요구되는 양의 설포네이트기를 함유하는 중합체를 그의 알칼리 금속염의 형태로

물에 분산, 방산, 또는 용해시키고, 이어서 알칼리 금속 양이온을 질소계 양이온으로 교환하는 것이다.

[0150] 1가 알칼리 금속 이온을 설포네이트염의 양이온으로서 사용할 경우, 생성된 설포폴리에스터는, 중합체 중의 설포단량체의 함량, 물의 온도, 설포폴리에스터의 표면적/두께 등에 좌우되는 분산 속도로 물에 완전히 분산가능하다. 2가 금속 이온을 사용할 경우, 생성된 설포폴리에스터는 찬 물에는 쉽게 분산되지 않지만 뜨거운 물에는 더 쉽게 분산된다. 단일 중합체 조성물 내에 하나 보다 많은 짝이온을 사용하는 것은 가능하고 이는 생성된 제조 제품의 수반응성을 맞추거나 미세조정하는 수단을 제공할 수 있다. 상기 설포단량체 잔기의 예는, 설포네이트염 기가 방향족 산 핵(예를 들어, 벤젠, 나프탈렌, 다이페닐, 옥시다이페닐, 설포닐다이페닐 및 메틸렌다이페닐), 또는 지환족 고리(예를 들어, 사이클로헥실, 사이클로헥틸, 사이클로뷰틸, 사이클로헥틸 및 사이클로옥틸)에 부착된 단량체 잔기를 포함한다. 본 발명에서 사용될 수 있는 설포단량체 잔기의 다른 예는 설포프탈산, 설포테레프탈산, 설포아이스프탈산의 금속 설포네이트염, 또는 이들의 조합물이다. 사용될 수 있는 설포단량체의 다른 예는 5-소디오설포아이스프탈산 및 그의 에스터이다. 설포단량체 잔기가 5-소디오설포아이스프탈산으로부터 생성될 경우, 전형적인 설포단량체 농도 범위는 산 잔기의 전체 몰 기준으로 약 4 내지 약 35몰%, 약 8 내지 약 30몰%, 및 약 8 내지 25몰%이다.

[0151] 설포폴리에스터의 제조에 사용되는 설포단량체는 공지된 화합물이며 당업계에 널리 공지된 방법을 이용하여 제조될 수 있다. 예를 들어, 설포네이트기가 방향족 고리에 부착된 설포단량체는, 방향족 화합물을 발연 황산(oleum)으로 설포네이트화하여 상응하는 설포산을 수득한 후, 금속 산화물 또는 염기, 예를 들어 아세트산 나트륨과 반응시켜 설포네이트염을 제조함으로써 제조될 수 있다. 다양한 설포단량체의 제조 절차는 예를 들어 미국 특허 제3,779,993호, 제3,018,272호 및 제3,528,947호에 기재되어 있다.

[0152] 또한, 중합체가 분산된 형태일 경우에는, 예를 들어 나트륨 설포네이트 염을 사용하여 폴리에스터를 제조하고, 이온교환염으로 나트륨을 다른 이온, 예컨대 아연으로 치환하는 것도 가능하다. 이러한 유형의 이온교환 절차는, 나트륨염이 통상 중합체 반응성 용융상에 더 가용성인 한에 있어서는 중합체를 2가 염으로 제조하는 것보다 일반적으로 우수하다.

[0153] 상기 설포폴리에스터는 지방족, 지환족, 및 아르알킬 글리콜을 포함할 수 있는 하나 이상의 다이올 잔기를 포함한다. 지환족 다이올, 예를 들어 1,3- 및 1,4-사이클로헥세인다이메탄올은 그의 순수한 시스 또는 트랜스 이성질체로서, 또는 시스 및 트랜스 이성질체의 혼합물로서 존재할 수 있다. 본원에서 사용되는 "다이올"이란 용어는, "글리콜"이란 용어와 동의어이며, 임의의 2가 알코올을 의미한다. 다이올의 예는 에틸렌 글리콜; 다이에틸렌 글리콜; 트라이에틸렌 글리콜; 폴리에틸렌 글리콜; 1,3-프로페인다이올; 2,4-다이메틸-2-에틸헥세인-1,3-다이올; 2,2-다이메틸-1,3-프로페인다이올; 2-에틸-2-뷰틸-1,3-프로페인다이올; 2-에틸-2-아이소뷰틸-1,3-프로페인다이올; 1,3-뷰테인다이올; 1,4-뷰테인다이올; 1,5-펜테인다이올; 1,6-헥세인다이올; 2,2,4-트라이메틸-1,6-헥세인다이올; 싸이오다이메탄올; 1,2-사이클로헥세인다이메탄올; 1,3-사이클로헥세인다이메탄올; 1,4-사이클로헥세인다이메탄올; 2,2,4,4-테트라메틸-1,3-사이클로뷰테인다이올; p-자일릴렌다이올, 또는 상기 글리콜 중 하나 이상의 조합물을 포함하나 그에 한정되지 않는다.

[0154] 다이올 잔기는 전체 다이올 잔기 기준으로 약 25몰% 내지 약 100몰%의, H-(OCH₂-CH₂)_n-OH(이때, n은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜) 잔기를 포함할 수 있다. 저분자량, 예컨대 n이 2 내지 6인 폴리에틸렌 글리콜의 비제한적 예는 다이에틸렌 글리콜, 트라이에틸렌 글리콜, 및 테트라에틸렌 글리콜이다. 이들 저분자량 글리콜 중, 다이에틸렌 및 트라이에틸렌 글리콜이 가장 바람직하다. 더 고분자량인, 예컨대 n이 7 내지 약 500인 폴리에틸렌 글리콜(본원에서 "PEG"로 약칭함)은 다우 케미칼 캄파니(Dow Chemical Company; 이전의 유니온 카바이드(Union Carbide)) 제품인 카보왁스(CARBOWAX, 등록상표)라는 명칭으로 공지된 상업적으로 입수가능한 제품을 포함한다. 전형적으로, PEG는 예를 들어 다이에틸렌 글리콜 또는 에틸렌 글리콜과 같은 다른 다이올과 조합하여 사용된다. 6 초과 내지 500 범위의 n값에 근거하여, 분자량은 300 초과 내지 약 22,000 g/mol 범위일 수 있다. 분자량 및 몰%는 서로 반비례한다. 구체적으로는, 분자량이 증가하면, 지정된 친수성 정도를 달성하기 위해 몰%는 감소한다. 예를 들어, 1000의 분자량을 갖는 PEG는 전체 다이올의 10몰%까지를 구성할 수 있는 반면, 10,000의 분자량을 갖는 PEG는 전체 다이올의 1몰% 미만의 수준으로 혼합될 것이라는 것을 고려하는 것이 이 개념의 실례가 된다.

[0155] 공정 조건을 변화시킴으로써 제어될 수 있는 부반응으로 인해 특정 이량체, 삼량체, 및 사량체 다이올이 동일반응계에서 형성될 수 있다. 예를 들어, 변화하는 양의 다이에틸렌, 트라이에틸렌, 및 테트라에틸렌 글리콜은 산성 조건하에 중축합 반응이 수행될 때 쉽게 발생하는 산-촉매 탈수 반응에 의해 에틸렌 글리콜로부터 형성될 수 있다. 당업자에게 널리 공지된 완충 용액을 반응 혼합물에 첨가함으로써 이러한 부반응을 지연시킬 수 있다.

그러나, 완충액이 제외되고 이량체화, 삼량체화 및 사량체화 반응의 진행이 허용되는 경우에는 추가적인 조성이 가능하다.

[0156] 본 발명의 설폴폴리에스터는 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기를 포함할 수 있다. 상기 분지화 단량체의 비제한적 예는 1,1,1-트라이메틸올 프로페인, 1,1,1-트라이메틸올에테인, 글리세린, 펜타에리트리톨, 에리트리톨, 트레이톨, 다이펜타에리트리톨, 소르비톨, 트라이멜리트산 무수물, 피로멜리트산 이무수물, 다이메틸올 프로피온산, 또는 이들의 조합물이다. 상기 분지화 단량체의 농도 범위의 추가적인 예는 0 내지 약 20몰% 및 0 내지 약 10몰%이다. 상기 분지화 단량체의 존재는 본 발명의 설폴폴리에스터에 다수의 가능한 이점을 가져올 수 있으며, 거기에는 유동학적 특성, 용해도, 및 인장 특성을 맞추는 것이 포함되나 그에 한정되지 않는다. 예를 들어, 일정한 분자량에서, 분지된 설폴폴리에스터는, 선형인 유사체에 비해, 더 큰 농도의 말단기를 가져, 중합후 가교 반응을 용이하게 할 수 있다. 그러나, 분지화제 농도가 높으면, 설폴폴리에스터는 겔화되기 쉽다.

[0157] 본 발명의 섬유를 위해 사용되는 설폴폴리에스터는 당업자에게 널리 공지된 표준 기법, 예컨대 시차주사열량계(DSC)를 사용하여 건조 중합체에서 측정된 25°C 이상의 유리 전이 온도(본원에서 "T_g"로 약칭함)를 갖는다. 본 발명의 설폴폴리에스터의 T_g 측정은, "건조 중합체", 즉, 중합체를 약 200°C의 온도로 가열하여 외래의 또는 흡수된 물을 날려버리고 샘플을 실온으로 돌아가게 한 중합체 샘플을 사용하여 실시된다. 전형적으로, 설폴폴리에스터는, 샘플을 물 증발 온도보다 높은 온도로 가열하는 제 1 열 스캔을 실시하고, 중합체 중에 흡수된 물의 증발(크고 넓은 흡열선으로 지시됨)이 완료될 때까지 상기 샘플을 그 온도로 유지하고, 상기 샘플을 실온으로 냉각한 후, 제 2 열 스캔을 실시하여 T_g 측정을 얻음으로써 DSC 장치에서 건조된다. 설폴폴리에스터에 의해 나타나는 유리 전이 온도의 추가적인 예는 30°C 이상, 35°C 이상, 40°C 이상, 50°C 이상, 60°C 이상, 65°C 이상, 80°C 이상, 및 90°C 이상이다. 다른 T_g도 가능하지만, 본 발명의 건조 설폴폴리에스터의 전형적인 유리 전이 온도는 약 30°C, 약 48°C, 약 55°C, 약 65°C, 약 70°C, 약 75°C, 약 85°C, 및 약 90°C이다.

[0158] 본 발명의 신규한 섬유는 상기한 설폴폴리에스터로 이루어지거나 본질적으로 이루어질 수 있다. 그러나, 또 다른 실시양태에서, 본 발명의 설폴폴리에스터는 단일 폴리에스터일 수 있거나, 생성되는 섬유의 특성을 개선하기 위해 하나 이상의 보조 중합체와 블렌딩될 수 있다. 상기 보조 중합체는 용도에 따라 수분산성이거나 수분산성이 아닐 수 있으며 설폴폴리에스터와 혼화성이거나 비혼화성일 수 있다. 보조 중합체가 비-수분산성인 경우, 설폴폴리에스터와의 블렌드는 비혼화성인 것이 바람직하다. 본원에서 사용되는 "혼화성"이란 용어는, 블렌드가, 단일 조성-의존적 T_g에 의해 지시되는 바와 같이 단일하고 균질적인 비정질 상을 갖는다는 것을 의미하는 것으로 의도된다. 예를 들어 제 2 중합체와 혼화성인 제 1 중합체는, 예를 들어 미국 특허 제6,211,309호에 예시된 바와 같이 제 2 중합체를 "가소화"하는 데 사용될 수 있다. 대조적으로, 본원에서 사용되는 "비혼화성"이라는 용어는, 둘 이상의 무작위하게 혼합된 상을 나타내고 하나 이상의 T_g를 나타내는 블렌드를 지칭한다. 일부 중합체는 설폴폴리에스터와 비혼화성이지만 상용성(compatible)일 수 있다. 혼화성 및 비혼화성 중합체 블렌드에 대한 추가의 일반적인 설명 및 그의 특성 측정을 위한 다양한 분석 기법은 문헌[*Polymer Blends Volumes 1 and 2*, Edited by D.R. Paul and C.B. Bucknall, 2000, John Wiley & Sons, Inc]에서 찾을 수 있다.

[0159] 상기 설폴폴리에스터와 블렌딩될 수 있는 수분산성 중합체의 비제한적 예는 폴리메타크릴산, 폴리바이닐 피롤리돈, 폴리에틸렌-아크릴산 공중합체, 폴리바이닐 메틸 에터, 폴리바이닐 알코올, 폴리에틸렌 옥사이드, 하이드록시 프로필 셀룰로스, 하이드록시프로필 메틸 셀룰로스, 메틸 셀룰로스, 에틸 하이드록시에틸 셀룰로스, 아이소 프로필 셀룰로스, 메틸 에터 전분, 폴리아크릴아마이드, 폴리(N-바이닐 카프로락탐), 폴리에틸 옥사졸린, 폴리(2-아이소프로필-2- 옥사졸린), 폴리바이닐 메틸 옥사졸리돈, 수분산성 설폴폴리에스터, 폴리바이닐 메틸 옥사졸리디돈, 폴리(2,4-다이메틸-6-트리아진일에틸렌), 및 에틸렌 옥사이드-프로필렌 옥사이드 공중합체이다. 상기 설폴폴리에스터와 블렌딩될 수 있는 비-수분산성인 중합체의 예는 폴리올레핀, 예컨대 폴리에틸렌 및 폴리프로필렌의 단독중합체 및 공중합체; 폴리(에틸렌 테레프탈레이트); 폴리(부틸렌 테레프탈레이트); 및 폴리아마이드, 예컨대 나일론-6; 폴리락타이드; 카프로락톤; 이스타 바이오(Eastar Bio, 등록상표)(폴리(테트라메틸렌 아디페이트-코-테레프탈레이트), 이스트만 케미칼 컴파니 제품); 폴리카보네이트; 폴리우레탄; 및 폴리염화바이닐을 포함하나 그에 한정되지 않는다.

[0160] 본 발명에 따르면, 하나보다 많은 설폴폴리에스터의 블렌드는 생성된 섬유 또는 섬유 물품, 예를 들어 부직포 및 부직 웹의 최종사용 특성을 맞추는 데 사용될 수 있다. 하나 이상의 설폴폴리에스터의 블렌드는, 수분산성 1성분 섬유의 경우 25°C 이상의 T_g를 갖고, 다성분 섬유의 경우 57°C 이상의 T_g를 갖는다. 그러므로, 블렌딩은

또한 부직포의 제작을 용이하게 하는 설포폴리에스터의 가공 특징을 변경하기 위해 개발될 수 있다. 또 다른 예에서, 폴리프로필렌과 설포폴리에스터의 비혼화성 블렌드는 물에서 흩어져서 완전히 분산되는 통상적인 부직 웹을 제공하기 때문에 진성 용해도(true solubility)는 필요하지 않다. 이러한 후자의 예에서, 목적하는 성능은 폴리프로필렌의 물리적 특성을 유지하는 것과 관련되는 반면, 설포폴리에스터는 제품의 실제 사용 동안 구경 끝에 지나지 않거나, 대안적으로 설포폴리에스터는 일시적(fugitive)이며, 제품의 최종 형태가 이용되기 전에 제거된다.

- [0161] 설포폴리에스터 및 보조 중합체는 회분식, 반연속식, 또는 연속식 공정으로 블렌딩될 수 있다. 소규모 회분은 섬유를 용융-방사하기 전에 당업자에게 널리 공지된 임의의 고강도(high-intensity) 혼합 장치, 예컨대 뱅버리 믹서에서 쉽게 제조될 수 있다. 또한 성분들은 적절한 용매 중에서 용액으로 블렌딩될 수 있다. 용융 블렌딩법은 설포폴리에스터 및 보조 중합체를 중합체를 용융시키기에 충분한 온도에서 블렌딩하는 것을 포함한다. 블렌드를 냉각하고 추가의 사용을 위해 펠렛화하거나, 용융 블렌드를 이 용융된 블렌드로부터 섬유 형태로 직접 용융 방적할 수 있다. 본원에서 사용되는 "용융"이란 용어는, 단순히 폴리에스터를 연화시키는 것을 포함하나 그에 한정되지 않는다. 중합체 기술에서 일반적으로 공지된 용융 혼합 방법에 대해서는, 문헌[*Mixing and Compounding of Polymers* (I. Manas-Zloczower & Z. Tadmor editors, Carl Hanser Verlag Publisher, 1994, New York, N. Y.)]을 참조한다.
- [0162] 본 발명은 또한, 25°C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖는 설포폴리에스터를 포함하는 수분산성 섬유를 제공하며, 상기 설포폴리에스터는 하기 (A) 내지 (D)를 포함한다:
- [0163] (A) 전체 산 잔기 기준으로 약 50 내지 약 96몰%의 아이소프탈산 또는 테레프탈산 잔기 하나 이상;
- [0164] (B) 전체 산 잔기 기준으로 약 4 내지 약 30몰%의 소디오설포아이소프탈산 잔기;
- [0165] (C) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 H-(OCH₂-CH₂)_n-OH(이때, n은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상;
- [0166] (D) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 20몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기.
- [0167] 본원에서 상술한 바와 같이, 상기 섬유는 임의적으로, 상기 설포폴리에스터와 블렌딩되는 제 1 수분산성 중합체; 및 임의적으로, 상기 설포폴리에스터와 블렌딩된 비-수분산성 중합체를 포함하여, 상기 블렌드가 비혼화성 블렌드가 되도록 할 수 있다. 본 발명의 섬유는 상기 섬유의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다. 제 1 수분산성 중합체는 전술한 바와 같다. 설포폴리에스터는 25°C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 가져야 하지만, 예를 들어 약 35°C, 약 48°C, 약 55°C, 약 65°C, 약 70°C, 약 75°C, 약 85°C, 및 약 90°C의 T_g 를 가질 수 있다. 설포폴리에스터는 다른 농도, 예를 들어 약 60 내지 약 95몰%, 및 약 75 내지 약 95몰%의 아이소프탈산 잔기를 함유할 수 있다. 아이소프탈산 잔기 농도 범위의 추가적인 예는 약 70 내지 약 85몰%, 약 85 내지 약 95몰% 및 약 90 내지 약 95몰%이다. 설포폴리에스터는 또한 다이에틸렌 글리콜 잔기 약 25 내지 약 95몰%를 포함할 수 있다. 다이에틸렌 글리콜 잔기 농도 범위의 추가적인 예는 약 50 내지 약 95몰%, 약 70 내지 약 95몰%, 및 약 75 내지 약 95몰%를 포함한다. 설포폴리에스터는 또한 에틸렌 글리콜 및/또는 1,4-사이클로헥세인다이메탄올(본원에서 "CHDM"으로 약칭함) 잔기를 포함할 수 있다. CHDM 잔기의 전형적인 농도 범위는 약 10 내지 약 75몰%, 약 25 내지 약 65몰%, 및 약 40 내지 약 60몰%이다. 에틸렌 글리콜 잔기의 전형적인 농도 범위는 약 10 내지 약 75몰%, 약 25 내지 약 65몰%, 및 약 40 내지 약 60몰%이다. 또 다른 실시양태에서, 설포폴리에스터는 아이소프탈산 잔기 약 75 내지 약 96몰% 및 다이에틸렌 글리콜 잔기 약 25 내지 약 95몰%를 포함한다.
- [0168] 본 발명의 설포폴리에스터는, 적절한 다이카복실산, 에스터, 무수물, 또는 염, 설포단량체, 및 적절한 다이올 또는 다이올 혼합물로부터 전형적인 중축합 반응 조건을 이용하여 쉽게 제조된다. 본 발명의 설포폴리에스터는 연속식, 반연속식, 및 회분식 모드의 조작에 의해 제조될 수 있고 다양한 반응기 유형을 이용할 수 있다. 적합한 반응기 유형의 예는 교반 탱크, 연속식 교반 탱크, 슬러리, 관, 와이핑된-필름, 강하 격막, 또는 압출 반응을 포함하나 그에 한정되지 않는다. 본원에서 사용되는 "연속식"이란 용어는, 반응물의 도입 및 제품의 반출이 중단되지 않는 방식으로 동시에 이루어지는 공정을 의미한다. "연속식"이란, 공정이 조작시에 실질적으로 또는 완전히 연속적이며 "회분식" 공정과는 대비되어야 한다는 것을 의미한다. "연속식"은, 예를 들어 시동, 반응기 유지보수, 또는 계획된 정지 기간으로 인한, 공정의 연속성에서의 정상적 중단을 임의의 방식으로 금지

하는 것을 의미하지 않는다. 본원에서 사용되는 "회분식"이란 용어는, 모든 반응물이 반응기에 첨가된 후 소정의 반응 진행에 따라 처리되며 그 동안 반응기에는 물질이 공급되거나 제거되지 않는 공정을 의미한다. "반연속식"이란 용어는, 반응물의 일부는 공정의 시작부에 충전되고 나머지 반응물은 반응이 진행함에 따라 연속적으로 공급되는 공정을 의미한다. 다르게는, 반연속식 공정은 또한, 반응이 진행함에 따라 하나 이상의 생성물이 연속적으로 제거되는 것을 제외하고는 모든 반응물이 공정의 시작부에 첨가되는 회분식 공정과 유사한 공정을 포함한다. 공정은 유리하게는 경제적인 이유로, 및 설폴폴리에스터는 반응기 내에서 상승된 온도에서 너무 오랜 기간 체류시킬 경우 외관상 열화될 수 있기 때문에 중합체의 우수한 착색(superior coloration)을 생성하기 위해 연속식 공정으로서 조작된다.

[0169] 본 발명의 설폴폴리에스터는 당업자에게 공지된 절차에 의해 제조된다. 상기 설폴단량체는 가장 흔하게는 중합체가 제조되는 반응 혼합물에 직접 첨가되지만, 다른 공정도 공지되어 있으며, 미국 특허 제3,018,272호, 제3,075,952호, 및 제3,033,822호에 기재된 바와 같이 사용될 수도 있다. 설폴단량체, 다이올 성분 및 다이카복실산 성분의 반응은 통상적인 폴리에스터 중합 조건을 이용하여 수행할 수 있다. 예를 들어, 에스터 교환 반응을 이용하여, 즉 다이카복실산 성분의 에스터 형태로부터 설폴폴리에스터를 제조할 경우, 반응 공정은 2단계를 포함할 수 있다. 첫번째 단계에서, 다이올 성분 및 예를 들어 다이메틸 아이소프탈레이트와 같은 다이카복실산 성분을 상승된 온도, 전형적으로 약 150℃ 내지 약 250℃에서 약 0.5 내지 약 8시간 동안 약 0.1kPa 게이지 내지 약 414kPa 게이지(60파운드/인치², "psig") 범위의 압력에서 반응시킨다. 바람직하게는, 에스터 교환 반응을 위한 온도는 약 1 내지 약 4시간 동안 약 180℃ 내지 약 230℃의 범위이고 바람직한 압력은 약 103kPa 게이지(15psig) 내지 약 276kPa 게이지(40psig)의 범위이다. 이후, 반응 생성물을 더 높은 온도 및 감압하에 가열하여 설폴폴리에스터를 형성하고, 상기 조건하에서 쉽게 휘발되어 시스템으로부터 제거되는 다이올을 제거한다. 이 두번째 단계, 또는 중축합 단계는 더 고진공하 및 일반적으로 약 230℃ 내지 약 350℃, 바람직하게는 약 250℃ 내지 약 310℃, 가장 바람직하게는 약 260℃ 내지 약 290℃ 범위의 온도에서 약 0.1 내지 약 6시간 동안, 또는 바람직하게는 약 0.2 내지 약 2시간 동안, 고유 점도에 의해 결정되는 목적하는 중합 정도를 갖는 중합체가 수득될 때까지 계속된다. 중축합 단계는 약 53kPa(400torr) 내지 약 0.013kPa(0.1torr) 범위의 감압하에 실시될 수 있다. 반응 혼합물의 적당한 열 전달 및 표면 갱신을 보장하기 위해 상기 두 단계 모두에서 교반 또는 적절한 조건을 이용한다. 상기 두 단계의 반응은, 예를 들어 알콕시 티타늄 화합물, 알칼리 금속 수산화물 및 알코올화물, 유기 카복실산의 염, 알킬 주석 화합물, 금속 산화물 등과 같은 적절한 촉매에 의해 촉진된다. 미국 특허 제5,290,631호에 기재된 것과 유사한 3단계 제조 절차가, 특히 산 및 에스터의 혼합된 단량체 공급물이 사용될 경우 이용될 수 있다.

[0170] 에스터 교환 반응 기구에 의한 다이올 성분과 다이카복실산 성분의 반응이 완료되도록 보장하기 위해, 1몰의 다이카복실산 성분에 대해 약 1.05 내지 약 2.5몰의 다이올 성분을 사용하는 것이 바람직하다. 그러나, 당업자는 다이올 성분 대 다이카복실산 성분의 비율이 반응 공정이 발생하는 반응기의 설계에 의해 일반적으로 결정된다는 것을 이해할 것이다.

[0171] 직접 에스터화에 의한, 즉 다이카복실산 성분의 산 형태로부터의 설폴폴리에스터의 제조에서, 설폴폴리에스터는 다이카복실산 또는 다이카복실산의 혼합물을 다이올 성분 또는 다이올 성분의 혼합물과 반응시킴으로써 제조된다. 상기 반응은 약 7kPa 게이지(1psig) 내지 약 1379kPa 게이지(200psig), 바람직하게는 689kPa(100psig) 미만의 압력에서 실시되어 약 1.4 내지 약 10의 평균 중합도를 갖는 저분자량 선형 또는 분지형 설폴폴리에스터를 생성한다. 직접 에스터화 반응 동안 사용되는 온도는 전형적으로 약 180℃ 내지 약 280℃, 더 바람직하게는 약 220℃ 내지 약 270℃의 범위이다. 이 저분자량 중합체를 이후 중축합 반응에 의해 중합한다.

[0172] 수분산성 및 다성분 함유 및 함유 물품은 또한 그의 최종 용도에 악영향을 미치지 않는 다른 통상적인 첨가제 및 성분을 함유할 수 있다. 예를 들어, 충전제, 표면마찰개질제, 광 및 열 안정화제, 압출보조제, 대전방지제, 착색제, 염료, 안료, 형광 증백제, 향균제, 위조방지용 마커, 소수성 및 친수성 향상제, 점도 개질제, 슬립제, 강인화제, 접착촉진제 등을 사용할 수 있다.

[0173] 본 발명의 함유 및 함유 물품은 가공 동안 섬유의 폐색 또는 용착을 예방하기 위해 예를 들어 안료, 충전제, 오일, 왁스, 또는 지방산 마감제와 같은 첨가제의 존재를 필요로 하지 않는다. 본원에서 사용되는 "폐색 또는 용착"이란 용어는, 섬유 또는 섬유 물품이 서로 달라붙거나 덩어리로 용착되어 섬유가 의도된 목적을 위해 가공되거나 사용될 수 없음을 의미하는 것으로 이해된다. 폐색 및 용착은 섬유 또는 섬유 물품의 가공 동안, 또는 수일 또는 수주의 기간에 걸친 저장 동안 발생할 수 있으며 고온 다습 조건에서 악화된다.

[0174] 본 발명의 하나의 실시양태에서, 섬유 및 섬유 물품은 이러한 폐색방지 첨가제를 상기 섬유 또는 섬유 물품의

전체 중량 기준으로 10중량% 미만으로 함유한다. 예를 들어, 섬유 및 섬유 물품은 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유할 수 있다. 다른 예에서, 섬유 및 섬유 물품은 상기 섬유의 전체 중량 기준으로 9중량% 미만, 5중량% 미만, 3중량% 미만, 1중량% 미만, 및 0중량%의 안료 또는 충전제를 함유할 수 있다. 종종 토너라 지칭되는 착색제가, 설포폴리에스테르에 목적하는 중성 색조 및/또는 명도를 부여하기 위해 첨가될 수 있다. 착색된 섬유가 바람직할 경우, 안료 또는 착색제는, 다이올 단량체와 다이카복실산 단량체의 반응 동안 설포폴리에스테르 반응 혼합물에 포함될 수 있거나 예비형성된 설포폴리에스테르와 용융 블렌딩될 수 있다. 착색제를 포함시키는 바람직한 방법은 반응성 기를 갖는 열적으로 안정한 유기 착색된 화합물을 갖는 착색제를 사용하여, 착색제를 공중합시켜 설포폴리에스테르에 혼입함으로써 그 색조를 개선하는 것이다. 예를 들어, 청색 및 적색 치환된 안트라퀴논을 포함하나 그에 한정되지 않는 반응성 하이드록실 및/또는 카복실기를 갖는 염료와 같은 착색제를 중합체쇄 내로 공중합시킬 수 있다. 염료가 착색제로서 사용될 경우, 이는 에스테르 교환 또는 직접 에스테르화 반응 후에 코폴리에스테르 반응 공정에 첨가될 수 있다.

[0175] 본 발명의 목적을 위해, "섬유"란 용어는, 직포 또는 부직포와 같은 2차원 또는 3차원 제품으로 형성될 수 있는 높은 중형비의 중합체 물체를 지칭한다. 본 발명의 문맥에서는, "섬유"란 용어는, "섬유들"과 동의어이며, 하나 이상의 섬유를 의미하도록 의도된다. 본 발명의 섬유는 1성분 섬유, 2성분, 또는 다성분 섬유일 수 있다. 본원에서 사용되는 "1성분 섬유"란 용어는, 단일 설포폴리에스테르, 하나 이상의 설포폴리에스테르의 블렌드, 또는 하나 이상의 설포폴리에스테르와 하나 이상의 추가의 중합체의 블렌드를 용융 방적함으로써 제조된 섬유를 의미하는 것으로 의도되며, 스테이플, 모노필라멘트, 및 멀티필라멘트 섬유를 포함한다. "1성분"은 "단성분(monocomponent)"이란 용어와 동의어로 의도되며, "2성분(biconstituent)" 또는 "다성분(multiconstituent)" 섬유를 포함하며, 블렌드로서 동일 압출기로부터 압출된 둘 이상의 중합체로부터 형성된 섬유를 지칭한다. 1성분 또는 2성분 섬유는 섬유의 단면 영역에 걸쳐 비교적 일정하게 위치한 개별 대역으로 배열된 다양한 중합체 성분을 갖지 않으며, 상기 다양한 중합체는 통상적으로 섬유의 전체 길이를 따라 연속적이지 않고, 그 대신 통상적으로 무작위하게 시작되고 끝나는 소섬유(fibril) 또는 원소섬유(protofibril)를 형성한다. 그러므로, "1성분"이란 용어는, 착색, 대전방지 특성, 윤활, 친수성 등을 위해 소량의 첨가제가 첨가될 수 있는 중합체 또는 하나 이상의 중합체의 블렌드로부터 형성된 섬유를 배제하는 것으로 의도되지 않는다.

[0176] 대조적으로, 본원에서 사용되는 "다성분 섬유"라는 용어는, 둘 이상의 섬유 형성 중합체를 개별 압출기에서 용융시키고, 생성된 다중 중합체 흐름을, 복수의 분배 유동 경로를 갖는 하나의 방사구로 인도하고 함께 방사시켜 하나의 섬유를 형성함으로써 제조되는 섬유를 의미하는 것으로 의도된다. 다성분 섬유는 종종 공액 또는 2성분 섬유로도 지칭된다. 중합체들은, 공액 섬유의 단면을 가로질러 실질적으로 일정하게 위치한 개별적 단편 또는 대역으로 배치되고 공액 섬유의 길이를 따라 연속적으로 연장된다. 이러한 다성분 섬유의 구조는 예를 들어 하나의 중합체가 다른 것에 의해 둘러싸이는 쉬스/코어 배열이거나, 병렬형 배열, 파이 배열 또는 "해도" 배열일 수 있다. 예를 들어, 상기 다성분 섬유는, 성형되거나 엔지니어링된 횡단 기하구조, 예컨대 "해도" 또는 조각난 파이 구조를 갖는 방사구를 통해 개별적으로 설포폴리에스테르 및 하나 이상의 비-수분산성 중합체를 압출함으로써 제조될 수 있다. 전형적으로, 상기 다성분 섬유는 성형되거나 원형의 단면을 갖는 스테이플, 모노필라멘트 또는 멀티필라멘트 섬유이다. 대부분의 섬유 형태는 열고정(heatset)된다. 상기 섬유는 본원에 기재되는 바와 같은 다양한 산화방지제, 안료, 및 첨가제를 포함할 수 있다.

[0177] 모노필라멘트 섬유는 일반적으로 크기가 약 15 내지 약 8000단사섬도(denier per filament; 본원에서 "d/f"로 약칭함) 범위이다. 본 발명의 신규한 섬유는 전형적으로 약 40 내지 약 5000 범위의 d/f 값을 갖는다. 모노필라멘트는 1성분 또는 다성분 섬유의 형태일 수 있다. 본 발명의 멀티필라멘트 섬유는 바람직하게는 그 크기가 멜트 블로운 웹에 대해 약 1.5mm, 스테이플 섬유에 대해 약 0.5 내지 약 50d/f, 모노필라멘트 섬유에 대해서는 약 5000d/f 이하의 범위이다. 멀티필라멘트 섬유는 권축(crimp)가공되거나 권축가공되지 않은 사 또는 토우로서 사용될 수 있다. 멜트 블로운 웹 및 용융 방사된 직물에 사용되는 섬유는 극세사 크기로 제조될 수 있다. 본원에서 사용되는 "극세사"라는 용어는, 1d/f 이하의 d/f 값을 의미하는 것으로 의도된다. 예를 들어, 본 발명의 극세사는 전형적으로 1 이하, 또는 0.5 이하, 또는 0.1 이하의 d/f 값을 갖는다. 나노섬유도 정전기 방사에 의해 제조될 수 있다.

[0178] 상기에서 언급된 바와 같이, 설포폴리에스테르는 또한 성형된 단면을 갖는 2성분 및 다성분 섬유의 제조에 유리하다. 본 발명자는 57°C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖는 설포폴리에스테르 또는 설포폴리에스테르의 블렌드가 방사 및 권취 동안 다성분 섬유의 폐색 및 응착을 예방하는 데 특히 유용하다는 것을 알아냈다. 그러므로, 본 발명은, 성형된 단면을 갖고,

- [0179] (A) 57℃ 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖고,
- [0180] (i) 다이카복실산 잔기 하나 이상;
- [0181] (ii) 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설포네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설포단량체 잔기 하나 이상;
- [0182] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n 은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및
- [0183] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기
- [0184] 를 포함하는 수분산성 폴리에스터; 및
- [0185] (B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 단편들
- [0186] 을 포함하는 다성분 섬유를 제공하며, 이때 상기 단편들은 상기 단편들 사이에 개재된 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고; 상기 섬유는 해도 또는 조각난 파이 단면을 갖고 상기 섬유의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다.
- [0187] 상기 다이카복실산, 다이올, 설포폴리에스터, 설포단량체, 및 분지화 단량체 잔기는 본 발명의 다른 실시양태에 대해 전술한 바와 같다. 다성분 섬유의 경우, 설포폴리에스터가 57℃ 이상의 T_g 를 갖는 것이 유리하다. 본 발명의 다성분 섬유의 설포폴리에스터 또는 설포폴리에스터 블렌드가 나타낼 수 있는 유리 전이 온도의 추가적인 예는 60℃ 이상, 65℃ 이상, 70℃ 이상, 75℃ 이상, 80℃ 이상, 85℃ 이상, 및 90℃ 이상이다. 또한, 57℃ 이상의 T_g 를 갖는 설포폴리에스터를 얻기 위해서는, 하나 이상의 설포폴리에스터의 블렌드를 다양한 비율로 사용하여 원하는 T_g 를 갖는 설포폴리에스터 블렌드를 수득한다. 설포폴리에스터 블렌드의 T_g 는 설포폴리에스터 성분의 T_g 의 가중 평균을 이용하여 계산될 수 있다. 예를 들어, 48℃의 T_g 를 갖는 설포폴리에스터를 65℃의 T_g 를 갖는 또 다른 설포폴리에스터와 25:75 중량:중량 비율로 블렌딩하여 약 61℃의 T_g 를 갖는 설포폴리에스터 블렌드를 얻을 수 있다.
- [0188] 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 상기 다성분 섬유의 수분산성 설포폴리에스터 성분은 하기 (A) 내지 (C) 중 하나 이상을 가능케 하는 특성을 제공한다:
- [0189] (A) 상기 다성분 섬유가 원하는 낮은 데니어로 방사되게 하는 것,
- [0190] (B) 상기 다성분 섬유 중의 설포폴리에스터가, 상기 섬유로부터 형성된 웹의 고수압직조 동안에는 제거에 저항성이 있지만 고수압직조 후에는 상승된 온도에서 효율적으로 제거되는 것, 및
- [0191] (C) 상기 다성분 섬유가 열 고정성이어서, 안정적이고 강한 직물을 수득케 하는 것.
- [0192] 특정 용융 점도 및 설포단량체 잔기 수준을 갖는 설포폴리에스터를 사용하여 상기 목적을 달성하는 데 있어서 놀랍고 예기치 못한 결과가 달성되었다.
- [0193] 따라서, 본 발명의 이 실시양태에서, 성형된 단면을 갖고,
- [0194] (A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상; 및
- [0195] (B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 도메인들
- [0196] 을 포함하는 다성분 섬유가 제공되며, 이때 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고, 상기 섬유는 약 6dpf 미만의 방사 데니어를 갖고; 상기 수분산성 설포폴리에스터는 240℃에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 약 12,000포아즈 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 약 25몰% 미만의 설포단량체 잔기 하나 이상을 포함한다.
- [0197] 상기 다성분 섬유에 사용되는 설포폴리에스터는 일반적으로 약 12,000포아즈 미만의 용융 점도를 갖는다. 바람직하게는, 상기 설포폴리에스터의 용융 점도는 240℃ 및 1rad/sec 전단율(shear rate)로 측정 시 10,000포아즈 미만, 더 바람직하게는 6,000포아즈 미만, 가장 바람직하게는 4,000포아즈 미만이다. 또 다른 양태에서, 설포폴리에스터는 240℃ 및 1rad/sec 전단율로 측정 시 약 1000 내지 12000포아즈, 더 바람직하게는 2000 내지 6000

포아즈, 가장 바람직하게는 2500 내지 4000포아즈의 용융 점도를 갖는다. 점도를 측정하기 전에, 샘플을 60℃에서 진공 오븐에서 2일 동안 건조시킨다. 용융 점도는 유동계 상에서 25mm 직경의 평행 플레이트 기하구조를 사용하여 1mm 갭 세팅에서 측정한다. 1 내지 400rad/sec의 변형률 범위 및 10% 변형 진폭에서 동적 진동수 스위프(dynamic frequency sweep)을 실행한다. 이후 점도를 240℃ 및 1rad/sec의 변형률로 측정한다.

[0198] 본 발명의 이러한 양태에 따라 사용하기 위한 설포폴리에스터 중합체 중의 설포단량체 잔기의 수준은 일반적으로 설포폴리에스터 중의 전체 이산 또는 다이올 잔기의 백분율 기준으로 약 25몰% 미만, 바람직하게는 20몰% 미만이다. 더 바람직하게는, 이 수준은 약 4 내지 약 20몰%, 더욱 더 바람직하게는 약 5 내지 약 12몰%, 가장 바람직하게는 약 7 내지 약 10몰%이다. 본 발명에 사용하기 위한 설포단량체는 바람직하게는, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설포네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설포단량체 잔기 하나 이상을 갖는다. 소디오설포-아이소프탈산 단량체가 특히 바람직하다.

[0199] 전술된 설포단량체에 더하여, 상기 설포폴리에스터는 바람직하게는, 다이카복실산 잔기 하나 이상; 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 H-(OCH₂-CH₂)_n-OH(이때, n은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 20몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기를 포함한다.

[0200] 특히 바람직한 실시양태에서, 상기 설포폴리에스터는 약 80 내지 96몰%의 다이카복실산 잔기, 약 4 내지 약 20몰%의 설포단량체 잔기, 및 100몰%의 다이올 잔기를 포함한다(200%의 전체 몰%; 즉, 100몰% 이산 및 100몰% 다이올). 더 구체적으로는, 상기 설포폴리에스터의 다이카복실산 부분은 약 60 내지 80몰% 테레프탈산, 약 0 내지 30몰% 아이소프탈산, 및 약 4 내지 20몰% 5-소디오설포아이소프탈산(5-SSIPa)을 포함한다. 상기 다이올 부분은 약 0 내지 50몰% 다이에틸렌 글리콜 및 약 50 내지 100몰% 에틸렌 글리콜을 포함한다. 본 발명의 이러한 실시양태에 따른 예시적인 배합이 하기 제시된다.

	대략적 몰%(다이올 또는 이산 잔기의 전체 몰 기준)
테레프탈산	71
아이소프탈산	20
5-SSIPa	9
다이에틸 글리콜	35
에틸렌 글리콜	65

[0201] 상기 다성분 섬유는 비-수분산성 성분은 본원에 기재된 임의의 비-수분산성 중합체를 포함할 수 있다. 섬유의 방사는 또한 본원에 기재된 임의의 방법에 따라 행해질 수 있다. 그러나, 본 발명의 이 측면에 따른 다성분 섬유의 개선된 유동학적 특성은 향상된 연신 속도를 제공한다. 설포폴리에스터 및 비-수분산성 중합체를 압출하여 다성분 압출물을 제조할 때, 다성분 압출물은 본원에 개시된 임의의 방법을 사용하여, 약 2000m/min 이상, 더 바람직하게는 약 3000m/min 이상, 더욱더 바람직하게는 약 4000m/min 이상, 가장 바람직하게는 약 4500m/min 이상의 속도로 용융 연신되어 다성분 섬유를 생성할 수 있다. 이론에 얽매이고자 하는 것은 아니지만, 상기 다성분 압출물을 상기 속도로 용융 연신함으로써 다성분 섬유의 비-수분산성 성분에 적어도 일부의 배향된 결정성이 초래된다. 이 배향된 결정성은 후속되는 가공 동안 다성분 섬유로부터 제조된 부직물의 치수 안정성을 증가시킬 수 있다.

[0203] 상기 다성분 압출물의 또 다른 이점은, 6dpf 미만의 방사 테니어를 갖는 다성분 섬유로 용융 연신될 수 있다는 것이다. 상기 다성분 섬유 크기의 다른 범위는 4dpf 미만 및 2.5dpf 미만의 방사 테니어이다.

[0204] 따라서, 본 발명의 다른 실시양태에서, 성형된 단면을 갖고,

[0205] (A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상; 및

[0206] (B) 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 도메인들

[0207] 을 포함하는 다성분 압출물이 제공되며, 이때 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고, 상기 압출물은 약 2000m/min 이상의 속도로 용융 연신될 수 있다.

[0208] 상기 다성분 섬유는, 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 하나 이상의 비-수분산성 중합체의 복수의 단편들 또는 도메인들을 포함하고, 상기 단편들 또는 도메인들은 상기 단편들 또는 도메인들 사이에 개재된 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있다. 본원에서 사용되는 "실질적으로 격리된"이란 용어는, 상기 단편들 또

는 도메인들이 서로 떨어져서 설포폴리에스터의 제거시에 상기 단편들 또는 도메인들이 개별적인 섬유를 형성할 수 있도록 한다는 것을 의미하는 것으로 의도된다. 예를 들어, 상기 단편들 또는 도메인들은, 예컨대 조각난 파이 구조에서와 같이 서로 접촉할 수 있지만, 충격에 의해 또는 설포폴리에스터가 제거될 때 분리될 수 있다.

[0209] 본 발명의 다성분 섬유 중의 설포폴리에스터 대 비-수분산성 중합체 성분의 중량비는 일반적으로 약 60:40 내지 약 2:98의 범위, 또는 다른 예에서는 약 50:50 내지 약 5:95의 범위일 수 있다. 전형적으로, 상기 설포폴리에스터는 다성분 섬유의 전체 중량의 50중량% 이하를 차지한다.

[0210] 상기 다성분 섬유의 단편 또는 도메인은 하나 이상의 비-수분산성 중합체를 포함할 수 있다. 상기 다성분 섬유의 단편에 사용될 수 있는 비-수분산성 중합체의 예는 폴리오레핀, 폴리에스터, 폴리아마이드, 폴리락타이드, 폴리카프로락톤, 폴리카보네이트, 폴리우레탄, 셀룰로스 에스터, 및 폴리염화바이닐을 포함하나 그에 한정되지 않는다. 예를 들어, 상기 비-수분산성 중합체는 폴리(에틸렌) 테레프탈레이트, 폴리(부틸렌) 테레프탈레이트, 폴리(사이클로헥실렌) 사이클로헥세인다이카복실레이트, 폴리(사이클로헥실렌) 테레프탈레이트, 폴리(트라이메틸렌) 테레프탈레이트 등과 같은 폴리에스터일 수 있다. 다른 예에서, 상기 비-수분산성 중합체는 DIN 표준 54900에 의해 결정되는 바와 같은 생해체성 및/또는 ASTM 표준 방법 D6340-98에 의해 결정되는 바와 같은 생분해성일 수 있다. 생분해성 폴리에스터 및 폴리에스터 블렌드의 예는 미국 특허 제5,599,858호, 제5,580,911호, 제5,446,079호 및 제5,559,171호에 개시되어 있다. 본 발명의 비-수분산성 중합체와 관련하여 본원에서 사용되는 "생분해성"이란 용어는, 예를 들어 "수성 또는 퇴비화 환경에서 방사능표지된 플라스틱 물질의 호기성 생분해를 측정하기 위한 표준 시험 방법(Standard Test Methods for Determining Aerobic Biodegradation of Radiolabeled Plastic Materials in an Aqueous or Compost Environment)"이라는 제목의 ASTM 표준 방법 D6340-98에 의해 정의되는 바와 같은, 적절하고 보증가능한 시간 범위 내에, 예컨대 퇴비화 환경에서와 같은 환경적 영향 아래 중합체가 분해된다는 것을 의미하는 것으로 의도된다. 본 발명의 비-수분산성 중합체는 또한 중합체가 예를 들어 DIN 표준 54900에 의해 정의되는 바와 같은 퇴비화 환경에서 쉽게 단편화된다는 것을 의미하는 "생해체성"일 수 있다. 예를 들어, 생분해성 중합체는 초기에 열, 물, 공기, 미생물 및 다른 인자의 작용에 의해 환경에서 분자량이 감소될 수 있다. 이러한 분자량 감소는 물리적 특성(강도(tenacity))의 손실 및 종종 섬유 파단을 초래한다. 중합체의 분자량이 충분히 낮아지면, 그후 단량체 및 올리고머는 미생물에 의해 동화된다. 호기성 환경에서, 상기 단량체 또는 올리고머는 궁극적으로 CO₂, H₂O, 및 새로운 세포 바이오매스로 산화된다. 혐기성 환경에서, 단량체 또는 올리고머는 궁극적으로 CO₂, H₂, 아세테이트, 메테인, 및 세포 바이오매스로 전환된다.

[0211] 예를 들어, 비-수분산성 중합체는 지방족-방향족 폴리에스터일 수 있고, 이는 본원에서 "AAPE"로 약칭한다. 본원에서 사용되는 "지방족-방향족 폴리에스터"란 용어는, 지방족 또는 지환족 다이카복실산 또는 다이올과 방향족 다이카복실산 또는 다이올로부터의 잔기의 혼합물을 포함하는 폴리에스터를 의미한다. 본원에서 본 발명의 다이카복실산 및 다이올 단량체와 관련하여 사용되는 "비방향족"이란 용어는, 단량체의 카복실 또는 하이드록실기가 방향족 핵을 통해 연결되지 않았다는 것을 의미한다. 예를 들어, 아디프산은 그 주쇄, 즉 카복실산기를 연결하는 탄소 원자의 쇠에 방향족 핵을 함유하지 않으며, 그러므로 "비방향족"이다. 대조적으로, "방향족"이란 용어는, 예를 들어 테레프탈산 또는 2,6-나프탈렌 다이카복실산과 같은 다이카복실산 또는 다이올이 주쇄 중에 방향족 핵을 함유한다는 것을 의미한다. 따라서, "비방향족"은, 예를 들어 성질상 포화 또는 파라핀성이거나; 불포화, 즉 비방향성 탄소-탄소 2중 결합을 함유하거나; 또는 아세틸렌성, 즉 탄소-탄소 3중 결합을 함유할 수 있는 구성 탄소 원자의 직쇄 또는 분지쇄 또는 환식 배열을 주쇄로서 함유하는 다이올 및 다이카복실산과 같은 지방족 및 지환족 구조를 포함하도록 의도된 것이다. 그러므로, 본 발명의 명세서 및 특허청구범위의 문맥에서, 비방향족은 선형 및 분지된 쇠 구조(본원에서 "지방족"이라 지칭함) 및 환식 구조(본원에서 "지환족" 또는 "지환족"이라 지칭함)를 포함하도록 의도된 것이다. 그러나, "비방향족"이란 용어는, 지방족 또는 지환족 다이올 또는 다이카복실산의 주쇄에 부착될 수 있는 방향족 치환기를 배제하는 것을 의도하지 않는다. 본 발명에서, 2작용성 카복실산은 전형적으로, 예를 들어 다이프산과 같은 지방족 다이카복실산, 또는 예를 들어 테레프탈산과 같은 방향족 다이카복실산이다. 2작용성 하이드록실 화합물은 예를 들어 1,4-사이클로헥세인다이메탄올과 같은 지환족 다이올, 예를 들어 1,4-뷰테인다이올과 같은 선형 또는 분지형 지방족 다이올, 또는 예를 들어 하이드로퀴논과 같은 방향족 다이올일 수 있다.

[0212] AAPE는, 2 내지 약 8개의 탄소 원자를 함유하는 지방족 다이올로부터 선택된 다이올, 2 내지 8개의 탄소 원자를 함유하는 폴리알킬렌 에터 글리콜, 및 약 4 내지 약 12개의 탄소 원자를 함유하는 지환족 다이올로부터 선택되고 치환 또는 비치환된 선형 또는 분지형 다이올의 하나 이상의 잔기를 포함하는 선형 또는 분지형 랜덤 코폴리

에스터 및/또는 쇠 연장된 코폴리에스터일 수 있다. 치환된 다이올은, 전형적으로 할로, C₆-C₁₀ 아릴 및 C₁-C₄ 알콕시로부터 독립적으로 선택된 1 내지 약 4개의 치환기를 포함한다. 사용될 수 있는 다이올의 예는 에틸렌 글리콜, 다이에틸렌 글리콜, 프로필렌 글리콜, 1,3-프로페인다이올, 2,2-다이메틸-1,3-프로페인다이올, 1,3-뷰테인다이올, 1,4-뷰테인다이올, 1,5-헵테인다이올, 1,6-헥세인다이올, 폴리에틸렌 글리콜, 다이에틸렌 글리콜, 2,2,4-트라이메틸-1,6-헥세인다이올, 싸이오다이에탄올, 1,3-사이클로헥세인다이메탄올, 1,4-사이클로헥세인다이메탄올, 2,2,4,4-테트라메틸-1,3-사이클로뷰테인다이올, 트리에틸렌 글리콜, 및 테트라에틸렌 글리콜을 포함하나 그에 한정되지 않으며, 바람직한 다이올은 1,4-뷰테인다이올; 1,3-프로페인다이올; 에틸렌 글리콜; 1,6-헥세인다이올; 다이에틸렌 글리콜; 또는 1,4-사이클로헥세인다이메탄올로부터 선택되는 하나 이상의 다이올을 포함한다. 또한 AAPE는, 2 내지 약 12개의 탄소 원자를 함유하는 지방족 다이카복실산 및 약 5 내지 약 10개의 탄소 원자를 함유하는 지환족 산으로부터 선택되고 하나 이상의 치환 또는 비치환된 선형 또는 분지형 지방족 다이카복실산의 하나 이상의 잔기를 이산 잔기의 전체 몰 기준으로 약 35 내지 약 99몰% 함유하는 이산 잔기를 포함한다. 치환된 지방족 다이카복실산은 전형적으로 할로, C₆-C₁₀ 아릴, 및 C₁-C₄ 알콕시로부터 선택된 1 내지 약 4개의 치환기를 함유한다. 지방족 이산의 비제한적 예는 말론산, 석신산, 글루타르산, 아디프산, 피멜산, 아젤라산, 세바크산, 푸마르산, 2,2-다이메틸 글루타르산, 수베르산, 1,3-사이클로헵테인다이카복실산, 1,4-사이클로헥세인다이카복실산, 1,3-사이클로헥세인다이카복실산, 다이글리콜산, 이타콘산, 말레산, 및 2,5-노보넨-다이카복실산을 포함한다. 지방족 다이카복실산에 더하여, AAPE는, 이산 잔기의 전체 몰 기준으로 약 1 내지 약 65몰%의, 6 내지 약 10개의 탄소 원자를 함유하고 치환 또는 비치환된 방향족 다이카복실산의 하나 이상의 잔기를 포함한다. 치환된 방향족 다이카복실산이 사용될 경우, 이들은 전형적으로, 할로, C₆-C₁₀ 아릴, 및 C₁-C₄ 알콕시로부터 선택되는 치환기를 1 내지 약 4개 함유한다. 본 발명의 AAPE에 사용될 수 있는 방향족 다이카복실산의 비제한적 예는 테레프탈산, 아이소프탈산, 5-설포아이소프탈산의 염, 및 2,6-나프탈렌다이카복실산이다. 더 바람직하게는, 지방족 다이카복실산은 아디프산을 포함하고, 방향족 다이카복실산은 테레프탈산을 포함하며, 다이올은 1,4-뷰테인다이올을 포함한다.

[0213] 본 발명의 AAPE를 위한 다른 가능한 조성은, 이산 성분 100몰% 및 다이올 성분 100몰%를 기준으로 한 하기 몰%의 하기 다이올 및 다이카복실산(또는 그의 폴리에스터-형성 동등물, 예컨대 다이에스터)으로부터 제조되는 것이다:

[0214] (1) 글루타르산(약 30 내지 약 75%); 테레프탈산(약 25 내지 약 70%); 1,4-뷰테인다이올(약 90 내지 100%); 및 개질 다이올 (0 내지 약 10%);

[0215] (2) 석신산(약 30 내지 약 95%); 테레프탈산(약 5 내지 약 70%); 1,4-뷰테인다이올(약 90 내지 100%); 및 개질 다이올(0 내지 약 10%); 및

[0216] (3) 아디프산(약 30 내지 약 75%); 테레프탈산(약 25 내지 약 70%); 1,4-뷰테인다이올(약 90 내지 100%); 및 개질 다이올(0 내지 약 10%).

[0217] 개질 다이올은 바람직하게는 1,4-사이클로헥세인다이메탄올, 트리에틸렌 글리콜, 폴리에틸렌 글리콜 및 네오펜틸 글리콜로부터 선택된다. 가장 바람직한 AAPE는, 약 50 내지 약 60몰% 아디프산 잔기, 약 40 내지 약 50몰% 테레프탈산 잔기, 및 95몰% 이상의 1,4-뷰테인다이올 잔기를 포함하는 선형, 분지형 또는 쇠 연장된 코폴리에스터이다. 더욱 더 바람직하게는, 상기 아디프산 잔기는 약 55 내지 약 60몰%로 포함되고, 상기 테레프탈산 잔기는 약 40 내지 약 45몰%로 포함되고, 상기 다이올 잔기는 약 95몰%의 1,4-뷰테인다이올 잔기를 포함한다. 이러한 조성은 미국 테네시주 킹스포트 소재의 이스트만 케미칼 컴퍼니로부터 상표명 이스타 바이오(EASTAR BIO, 등록상표) 코폴리에스터, 및 바스프 코퍼레이션(BASF Corporation)으로부터 상표명 에코플렉스(ECOFLEX, 등록상표)로 상업적으로 입수가능하다.

[0218] 추가적인, 바람직한 AAPE의 구체적인 예는, (a) 50몰% 글루타르산 잔기, 50몰% 테레프탈산 잔기, 및 100몰% 1,4-뷰테인다이올 잔기, (b) 60몰% 글루타르산 잔기, 40몰% 테레프탈산 잔기, 및 100몰% 1,4-뷰테인다이올 잔기 또는 (c) 40몰% 글루타르산 잔기, 60몰% 테레프탈산 잔기, 및 100몰% 1,4-뷰테인다이올 잔기를 함유하는 폴리(테트라-메틸렌 글루타레이트-코-테레프탈레이트); (a) 85몰% 석신산 잔기, 15몰% 테레프탈산 잔기, 및 100몰% 1,4-뷰테인다이올 잔기 또는 (b) 70몰% 석신산 잔기, 30몰% 테레프탈산 잔기, 및 100몰% 1,4-뷰테인다이올 잔기를 함유하는 폴리(테트라메틸렌 석시네이트-코-테레프탈레이트); 70몰% 석신산 잔기, 30몰% 테레프탈산 잔기, 및 100몰% 에틸렌 글리콜 잔기를 함유하는 폴리(에틸렌 석시네이트-코-테레프탈레이트); 및 (a) 85몰% 아디프산 잔기, 15몰% 테레프탈산 잔기, 및 100몰% 1,4-뷰테인다이올 잔기; 또는 (b) 55몰% 아디프산 잔기, 45몰% 테레프

탈산 잔기, 및 100몰% 1,4-부테인다이올 잔기를 함유하는 폴리(테트라메틸렌 아디페이트-코-테레프탈레이트)를 포함한다.

- [0219] AAPE는 바람직하게는 약 10 내지 약 1,000개의 반복 단위, 바람직하게는 약 15 내지 약 600개의 반복 단위를 포함한다. AAPE는, 25℃의 온도에서 중량비 60/40의 페놀/테트라클로로에테인 용액 100ml 중의 0.5그램 코폴리에스터의 농도를 이용하여 측정 시 약 0.4 내지 약 2.0dL/g, 또는 더 바람직하게는 약 0.7 내지 약 1.6dL/g의 고유 점도를 가질 수 있다.
- [0220] AAPE는 임의적으로 분지화제 잔기를 함유할 수 있다. 상기 분지화제의 몰 백분율 범위는 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로(분지화제가 카복실 또는 하이드록실기를 함유하는가에 좌우됨) 약 0 내지 약 2몰%, 바람직하게는 약 0.1 내지 약 1몰%, 가장 바람직하게는 약 0.1 내지 약 0.5몰%이다. 상기 분지화제는 바람직하게는 약 50 내지 약 5000, 더 바람직하게는 약 92 내지 약 3000의 중량평균 분자량을 갖고, 약 3 내지 약 6의 작용성을 갖는다. 분지화제는, 예를 들어, 3 내지 6개의 하이드록실기를 갖는 폴리올, 3 또는 4개의 카복실기(또는 에스터-형성하는 동등한 기)를 갖는 폴리카복실산, 또는 총 3 내지 6개의 하이드록실 및 카복실기를 갖는 하이드록실산의 에스터화된 잔기일 수 있다. 또한, AAPE는 반응성 압출 동안 과산화물의 첨가에 의해 분지될 수 있다.
- [0221] 상기 비-수분산성 중합체의 각 단편은 미세도에서 서로 상이할 수 있으며 당업자에게 공지된 임의의 성형되거나 엔지니어링된 단면 기하구조로 배열될 수 있다. 예를 들어, 셀포폴리에스터 및 비-수분산성 중합체는 예를 들어 병립 형태, "해도", 조각난 파이, 다른 분할가능 구조, 쉬스/코어, 또는 당업자에게 공지된 다른 구조와 같은 엔지니어링된 기하구조를 갖는 2성분 섬유를 제조하는 데 사용될 수 있다. 다른 다성분 구조도 가능하다. 병립, "바다" 또는 "파이"의 일부를 후속적으로 제거함으로써 매우 미세한 섬유를 얻을 수 있다. 또한 2성분 섬유를 제조하는 공정은 당업자에게 널리 공지되어 있다. 2성분 섬유에서, 본 발명의 셀포폴리에스터 섬유는 약 10 내지 약 90중량%의 양으로 존재할 수 있고 일반적으로 쉬스/코어 섬유의 쉬스 부분에 사용된다. 전형적으로, 비수용성 또는 비-수분산성 중합체가 사용될 경우, 생성된 2성분 또는 다성분 섬유가 완전히 수분산성은 아니다. 열 수축률이 상당히 상이한 병립형 조합물은 나선 권축가공의 진행에 사용될 수 있다. 권축가공이 요망될 경우, 튜브 또는 스티퍼 박스(stuffer box) 권축가공이 일반적으로 많은 용도에 적합하다. 제 2 중합체 성분이 쉬스/코어 구조의 코어일 경우, 이러한 코어는 임의적으로 안정화시킬 수 있다.
- [0222] 셀포폴리에스터는 "해도" 또는 "조각난 파이" 단면을 갖는 섬유를 위해 특히 유용한데, 그 이유는, 다성분 섬유로부터 다른 수분산성 중합체를 제거하는 데 종종 요구되는 부식물질-함유 용액에 비해, 분산을 위해 중성 또는 약산성(즉, "연수")만을 필요로 하기 때문이다. 본 개시내용에 사용되는 "연수"라는 용어는, 갤론(gallon)당 5 그레인(grain) 이하의 CaCO₃를 갖는 물을 의미한다(갤론당 1그레인의 CaCO₃는 17.1ppm과 같다). 그러므로 본 발명의 또 다른 양태는,
- [0223] (A) 57℃ 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖고,
- [0224] (i) 전체 산 잔기 기준으로 약 50 내지 약 96몰%의, 아이소프탈산 또는 테레프탈산 잔기 하나 이상;
- [0225] (ii) 전체 산 잔기 기준으로 약 4 내지 약 30몰%의 소디오셀포아이스프탈산 잔기;
- [0226] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 H-(OCH₂-CH₂)_n-OH(이때, n은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상;
- [0227] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 20몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기
- [0228] 를 포함하는 수분산성 셀포폴리에스터; 및
- [0229] (B) 상기 셀포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 포함하는 복수의 단편들
- [0230] 을 포함하는 다성분 섬유이며, 이때 상기 단편들은 상기 단편들 사이에 개재된 셀포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고; 상기 섬유는 해도 또는 조각난 파이 단면을 갖고 상기 섬유의 전체 중량 기준으로 10 중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다.
- [0231] 다이카복실산, 다이올, 셀포폴리에스터, 셀포단량체, 분지화 단량체 잔기, 및 비-수분산성 중합체는 전술한 바와 같다. 상기 다성분 섬유의 경우, 셀포폴리에스터가 57℃ 이상의 T_g를 갖는 것이 유리하다. 상기 셀포폴리

에스터는 단일 설폴폴리에스테르이거나 하나 이상의 설폴폴리에스테르 중합체의 블렌드일 수 있다. 설폴폴리에스테르 또는 설폴폴리에스테르 블렌드에 의해 나타날 수 있는 유리 전이 온도의 추가적인 예는 65°C 이상, 70°C 이상, 75°C 이상, 85°C 이상, 및 90°C 이상이다. 예를 들어, 상기 설폴폴리에스테르는 아이소프탈산 또는 테레프탈산의 하나 이상의 잔기 약 75 내지 약 96몰% 및 다이에틸렌 글리콜 잔기 약 25 내지 약 95몰%를 포함할 수 있다. 상술한 바와 같이, 비-수분산성 중합체의 예는 폴리올레핀, 폴리에스터, 폴리아마이드, 폴리락타이드, 폴리카프로락톤, 폴리카보네이트, 폴리우레탄, 셀룰로스 에스터, 및 폴리염화바이닐이다. 또한, 비-수분산성 중합체는 생분해성 또는 생체체성일 수 있다. 예를 들어, 비-수분산성 중합체는 전술한 바와 같이 지방족-방향족 폴리에스테르일 수 있다.

[0232] 본 발명의 신규한 다성분 섬유는 당업자에게 공지된 몇 가지 방법에 의해 제조될 수 있다. 따라서 본 발명은, 57°C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖는 수분산성 설폴폴리에스테르 및 상기 설폴폴리에스테르와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 섬유로 방사하는 것을 포함하는, 성형된 단면을 갖는 다성분 섬유의 제조 방법을 제공하되, 상기 설폴폴리에스테르는,

[0233] (i) 다이카복실산 잔기 하나 이상;

[0234] (ii) 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설폴포네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설폴포단량체 잔기 하나 이상;

[0235] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n 은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및

[0236] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기

[0237] 를 포함하고, 상기 섬유는 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 단편들을 포함하고, 상기 단편들은 상기 단편들 사이에 개재된 설폴폴리에스테르에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고, 상기 섬유는 섬유의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다. 예를 들어, 상기 다성분 섬유는, 설폴폴리에스테르 및 하나 이상의 비-수분산성 중합체를 개별 압출기에서 용융시키고, 개개의 중합체 유동을 하나의 방사구 또는 복수의 분배 유동 경로를 갖는 압출 다이로 인도하여, 상기 비-수분산성 중합체 성분이, 개재된 설폴폴리에스테르에 의해 서로 실질적으로 격리된 작은 단편 또는 얇은 스트랜드를 형성하도록 함으로써 제조될 수 있다. 이러한 섬유의 단면은 예를 들어 조각난 파이 배열 또는 해도 배열일 수 있다. 또 다른 예에서, 설폴폴리에스테르 및 하나 이상의 비-수분산성 중합체는 방사구 구멍(orifice)에 개별적으로 공급된 후, 상기 비-수분산성 중합체가 설폴폴리에스테르 "슈스" 중합체에 의해 실질적으로 둘러싸인 "코어"를 형성하는 슈스-코어 형태로 압출된다. 이러한 동심성 섬유의 경우, "코어" 중합체를 공급하는 구멍은 방사 구멍 출구의 중심에 있고 코어 중합체 유체의 유동 조건은 방사시에 상기 두 성분의 동심성을 유지하기 위해 엄격하게 제어된다. 방사구 구멍의 변경은 섬유 단면 내에 다양한 형상의 코어 및/또는 슈스가 얻어질 수 있도록 해준다. 또 다른 예에서, 병립형 단면 또는 구조를 갖는 다성분 섬유는, (1) 수분산성 설폴폴리에스테르 및 비-수분산성 중합체를 구멍을 통해 개별적으로 공급출하고, 개별 중합체 스트림을 실질적으로 동일한 속도로 수렴시켜 방사구의 면 아래에서 조합된 스트림으로서 나란히 합류시키거나; 또는 (2) 2개의 중합체 스트림을 개별적으로, 방사구의 표면에서 수렴하는 구멍을 통해 실질적으로 같은 속도로 공급하여 방사구의 표면에서 조합된 스트림으로서 나란히 합류시킴으로써 제조될 수 있다. 두 경우에, 합류되는 점에서 각 중합체 스트림의 속도는 그의 계량 펌프 속도, 구멍의 개수, 및 구멍의 크기에 의해 결정된다.

[0238] 상기 다이카복실산, 다이올, 설폴폴리에스테르, 설폴포단량체, 분지화 단량체 잔기, 및 비-수분산성 중합체는 전술한 바와 같다. 상기 설폴폴리에스테르는 57°C 이상의 유리 전이 온도를 갖는다. 설폴폴리에스테르 또는 설폴폴리에스테르 블렌드에 의해 나타날 수 있는 유리 전이 온도의 추가적인 예는 65°C 이상, 70°C 이상, 75°C 이상, 85°C 이상, 및 90°C 이상이다. 하나의 예에서, 상기 설폴폴리에스테르는 전체 산 잔기 기준으로 약 50 내지 약 96몰%의, 아이소프탈산 또는 테레프탈산 잔기 하나 이상; 및 전체 산 잔기 기준으로 약 4 내지 약 30몰%의 소디오설폴포아이소프탈산 잔기; 및 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 20몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기를 포함할 수 있다. 또 다른 예에서, 설폴폴리에스테르는 아이소프탈산 또는 테레프탈산의 하나 이상의 잔기 약 75 내지 약 96몰% 및 다이에틸렌 글리콜 잔기 약 25 내지 약 95몰%를 포함할 수 있다. 상술한 바와 같이, 상기 비-수분산성 중합체의 예는 폴리올레핀, 폴리에스터, 폴리아마이드, 폴리락타이드, 폴리카프로락톤, 폴리카보네이트, 폴리우레탄, 및 폴리염화바이닐이다. 또한, 상기 비-수분

산성 중합체는 생분해성 또는 생체체성일 수 있다. 예를 들어, 상기 비-수분산성 중합체는 전술한 바와 같이 지방족-방향족 폴리에스터일 수 있다. 성형된 단면의 예는 해도, 병립 형태, 쉬스-코어, 또는 조각난 파이 구조를 포함하나 그에 한정되지 않는다.

- [0239] 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상 및 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 방사하여 다성분 섬유를 제조하는 것을 포함하는, 성형된 단면을 갖는 다성분 섬유를 제조하는 방법이 제공되며, 상기 다성분 섬유는 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 갖고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고; 상기 수분산성 설포폴리에스터는 240°C에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 약 12,000포아즈 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 약 25몰% 미만의 설포단량체 잔기 하나 이상을 포함하며; 상기 다성분 섬유는 약 6dpf 미만의 방사 테니어를 갖는다.
- [0240] 상기 다성분 섬유 및 비-수분산성 중합체에 사용되는 설포폴리에스터는 본 개시내용에서 앞서 논의했다.
- [0241] 본 발명의 또 다른 실시양태에서,
- [0242] (A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상 및 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 압출하여 다성분 압출물을 제조하는 단계; 및
- [0243] (B) 상기 다성분 압출물을 약 2000m/min의 속도로 용융 연신하여 다성분 섬유를 제조하는 단계
- [0244] 를 포함하는, 성형된 단면을 갖는 다성분 섬유의 제조 방법이 제공되며,
- [0245] 이때 상기 다성분 압출물은 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 갖고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있다.
- [0246] 상기 방법이 상기 다성분 압출물을 약 2000m/min, 더 바람직하게는, 약 3000m/min 이상, 가장 바람직하게는 4500m/min 이상의 속도로 용융 연신하는 단계를 포함한다는 것도 본 발명의 이 실시양태의 한 특징이다.
- [0247] 전형적으로, 방사구를 빠져 나올 때, 섬유는 공기의 직교 유동으로 급랭되어 고화된다. 이 단계에서 다양한 마감처리 및 사이즈가 섬유에 적용된다. 냉각된 섬유는 전형적으로 후속 연신되고 권취 실감개 상에 권취된다. 마감 처리에서, 유화제, 대전방지제, 향균제, 거품억제제, 윤활제, 열안정제, UV안정제 등과 같은 다른 첨가제를 효과량으로 혼입할 수 있다.
- [0248] 임의적으로, 연신된 섬유를 텍스처링하고 와인딩업하여 벌키(bulky)한 연속적인 필라멘트를 형성할 수 있다. 이 1단계 기법은 당업계에 스핀-드로-텍스처링(spin-draw-texturing)으로 알려져 있다. 다른 실시양태는 권축 가공되거나 권축가공되지 않은 편평 필라멘트(비-텍스처링된) 안, 또는 절단 스테이플 섬유를 포함한다.
- [0249] 설포폴리에스터는 후에 계면 층 또는 파이 단편을 용해시킴으로써 제거되어 비-수분산성 중합체의 더 작은 필라멘트 또는 극세사를 남길 수 있다. 그러므로 본 발명은,
- [0250] (A) 57°C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖는 수분산성 설포폴리에스터 및 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 다성분 섬유로 방사하는 단계; 및
- [0251] (B) 상기 다성분 섬유를 물과 접촉시켜 상기 설포폴리에스터를 제거함으로써 극세사를 형성하는 단계
- [0252] 를 포함하는, 극세사 섬유의 제조 방법을 제공하며,
- [0253] 이때 상기 설포폴리에스터는,
- [0254] (i) 전체 산 잔기 기준으로 약 50 내지 약 96몰%의, 아이소프탈산 또는 테레프탈산 잔기 하나 이상;
- [0255] (ii) 전체 산 잔기 기준으로 약 4 내지 약 30몰%의 소디오설포아이스프탈산 잔기;
- [0256] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n 은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및
- [0257] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 20몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기
- [0258] 를 포함하되, 상기 섬유는 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 단편들을 갖고, 상기 단편들은 상기 단편들 사이에 개재된 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고, 상기 섬유는 섬유의 전체 중량 기준으로

10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다.

- [0259] 전형적으로, 상기 다성분 섬유를 약 25℃ 내지 약 100℃, 바람직하게는 약 50℃ 내지 약 80℃의 온도의 물과 약 10 내지 약 600초의 시간 동안 접촉시킴으로써 상기 설폴리온을 해체시키거나 용해시킨다. 설폴리온의 제거 후에, 잔여 비-수분산성 중합체 극세사는 전형적으로 1d/f 이하, 전형적으로 0.5d/f 이하, 또는 더욱 전형적으로 0.1d/f 이하의 평균 미세도를 가진다. 상기 잔여 비-수분산성 중합체 극세사의 전형적인 용도는 예를 들어 인조 가죽, 스웨이드, 와이프, 및 필터 매질과 같은 부직포를 포함한다. 상기 극세사로부터 제조된 필터 매질은 공기 또는 액체를 여과하는 데 사용될 수 있다. 액체용 필터 매질은 물, 체액, 용제, 및 탄화수소를 포함하나 그에 한정되지 않는다. 또한, 설폴리온의 이온적 성질은, 염분 함유 매질(예컨대, 체액)에는 유리하게 불량한 "용해도"를 초래한다. 이러한 특성은, 수세성이거나 위생 하수 시스템에서 폐기되는 퍼스널 케어 제품 및 세정 와이프에서 바람직하다. 선택된 설폴리온은 또한 염료용 중의 분산제 및 세탁 사이클 동안 토양 재퇴적 방지제(soil redeposition preventative agent)로서 이용할 수 있다.
- [0260] 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 수분산성 설폴리온 하나 이상 및 상기 수분산성 설폴리온과 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 다성분 섬유로 방사하는 단계; 및 상기 다성분 섬유를 물과 접촉시켜 상기 수분산성 설폴리온을 제거함으로써 극세사를 형성하는 단계를 포함하는 극세사의 제조 방법이 제공되며, 이때 상기 다성분 섬유는 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 갖고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설폴리온에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고; 상기 섬유는 방적 후 약 6dpf 미만의 테니어를 갖고; 상기 수분산성 설폴리온은 240℃에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 약 12,000포아즈 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 약 25몰% 미만의 설폴리온 단량체 잔기 하나 이상을 포함한다.
- [0261] 본 발명의 또 다른 실시양태에서,
- [0262] (A) 수분산성 설폴리온 하나 이상 및 상기 수분산성 설폴리온과 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 압출하여 다성분 압출물을 제조하는 단계;
- [0263] (B) 상기 다성분 압출물을 약 2000m/min 이상의 속도로 용융 연신하여 다성분 섬유를 형성하는 단계; 및
- [0264] (C) 상기 다성분 섬유를 물과 접촉시켜 상기 수분산성 설폴리온을 제거함으로써 극세사를 형성하는 단계를 포함하는 극세사의 제조 방법이 제공되며, 이때 상기 다성분 압출물은 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 갖고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설폴리온에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있다.
- [0265] 상기 다성분 압출물을 약 2000m/min 이상, 더 바람직하게는 약 3000m/min 이상, 가장 바람직하게는 4500m/min 이상의 속도로 용융 연신하는 것이 바람직하다.
- [0266] 본 발명에 따라 사용하기 적합한 이러한 설폴리온 및 설폴리온은 상술되어 있다.
- [0267] 본 발명의 이러한 양태에 따라 사용하기에 바람직한 설폴리온은 일반적으로, 후속되는 고수압직조 공정 동안에는 제거에 저항성이기 때문에, 다성분 섬유로부터 상기 설폴리온을 제거하는데 사용되는 물은 실온보다 높은 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 물은 약 45℃ 이상, 더욱 더 바람직하게는 약 60℃ 이상, 가장 바람직하게는 약 80℃ 이상이다.
- [0268] 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 비-수분산성 중합체 극세사를 제조하는 또 다른 방법이 제공된다. 그 방법은 하기 단계 (a) 내지 (f)를 포함한다:
- [0269] (a) 다성분 섬유를 절단된 다성분 섬유로 절단하는 단계;
- [0270] (b) 상기 절단된 다성분 섬유를 포함하는 섬유-함유 공급원료를 물과 접촉시켜, 섬유 혼합물 슬러리를 제조하는 단계;
- [0271] (c) 상기 섬유 혼합물 슬러리를 가열하여 가열된 섬유 혼합물 슬러리를 제조하는 단계;
- [0272] (d) 임의적으로, 상기 섬유 혼합물 슬러리를 전단 대역에서 혼합하는 단계;
- [0273] (e) 상기 다성분 섬유로부터 설폴리온의 적어도 일부를 제거하여, 설폴리온 분산물 및 비-수분산성 중합체 극세사를 포함하는 슬러리 혼합물을 제조하는 단계; 및

- [0275] (f) 상기 비-수분산성 중합체 극세사를 상기 슬러리 혼합물로부터 분리하는 단계.
- [0276] 상기 다성분 섬유는 부직포 제품을 제조하는 데 사용될 수 있는 임의의 길이로 절단될 수 있다. 본 발명의 하나의 실시양태에서, 다성분 섬유는 약 1mm 내지 약 50mm 범위의 길이로 절단된다. 본 발명의 또 다른 양태에서, 다성분 섬유는 상이한 길이의 혼합으로 절단될 수 있다.
- [0277] 상기 섬유-함유 공급원료는 부직포 제품의 제조에 유용한 임의의 다른 유형의 섬유를 포함할 수 있다. 하나의 실시양태에서, 섬유-함유 공급원료는 셀룰로스 섬유 펄프, 유리 섬유, 폴리에스터 섬유, 나일론 섬유, 폴리올레핀 섬유, 레이온 섬유 및 셀룰로스 에스터 섬유로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 섬유를 또한 포함할 수 있다.
- [0278] 상기 섬유-함유 공급원료를 물과 혼합하여 섬유 혼합물 슬러리를 제조한다. 바람직하게는 수분산성 설포폴리에스터의 제거를 용이하게 하기 위해, 사용되는 물은 연수 또는 탈이온수일 수 있다. 연수는 본 개시내용에서 앞서 정의된 바 있다. 본 발명의 하나의 실시양태에서, 하나 이상의 연수화제(water softening agent)를 사용하여 다성분 섬유로부터의 수분산성 설포폴리에스터의 제조를 용이하게 할 수 있다. 당업계에 공지된 임의의 연수화제를 사용할 수 있다. 하나의 실시양태에서, 연수화제는 킬레이팅제 또는 칼슘 이온 봉쇄제(sequestrant)이다. 적용가능한 킬레이팅제 또는 칼슘 이온 봉쇄제는 분자당 복수의 카복실산기를 함유하는 화합물이며, 이때 킬레이팅제의 분자 구조 중의 카복실기는 2 내지 6개 원자에 의해 분리되어 있다. 테트라나트륨 에틸렌 다이아민 테트라아세트산(EDTA)은 인접하는 카복실산기 사이가 3개 원자로 분리되어 있고 분자 구조 당 4개의 카복실산 잔기를 함유하는 가장 통상적인 킬레이팅제의 한 예이다. 폴리아크릴산 나트륨염은, 2개의 원자에 의해 분리된 카복실산기들을 함유하는 칼슘 봉쇄제의 한 예이다. 말레산 또는 석신산의 나트륨염이 가장 기본적인 킬레이팅제 화합물의 예이다. 적용가능한 킬레이팅제의 추가적인 예는, 공통적으로 분자 구조 내에 복수의 카복실산기들이 존재하고, 요구되는 거리(2 내지 6 원자 단위) 만큼 상기 카복실산기들이 떨어져 있어 칼슘과 같은 2가 또는 다가 양이온과 유리한 입체적 상호작용을 제공함으로써, 상기 킬레이팅제가 2가 또는 다가 양이온과 우선적으로 결합하도록 하는 화합물을 포함한다. 이러한 화합물은 다이에틸렌트리아민펜타아세트산; 다이에틸렌트리아민-N,N,N',N'-펜타아세트산; 펜테트산; N,N-비스(2-(비스-(카복시메틸)아미노)에틸)-글리신; 다이에틸렌트리아민 펜타아세트산; [[(카복시메틸)이미노]비스(에틸렌디트리올)]-테트라아세트산; 에데트산; 에틸렌다이 나트륨테트라아세트산; EDTA, 유리 염기; EDTA 유리 산; 에틸렌다이아민-N,N,N',N'-테트라아세트산; 헵텐; 버센; N,N'-1,2-에테인 다이일비스-(N-(카복시메틸)글리신); 에틸렌다이아민 테트라아세트산; N,N-비스(카복시메틸)글리신; 트라이글리콜람산; 트릴론 A; 알파,알파',알파"-트라이메틸아민트라이카복실산; 트라이(카복시메틸)아민; 아미노트리아아세트산; 헵트서 NTA 산; 니트릴로-2,2',2"-트리아아세트산; 티트리플렉스(titriplex) i; 니트릴로트리아아세트산; 및 이들의 혼합물을 포함하나 그에 한정되지 않는다.
- [0279] 연수화제의 필요량은, Ca⁺⁺ 및 다른 다가 이온으로 환산된, 사용되는 물의 경도에 좌우된다.
- [0280] 섬유 혼합물 슬러리를 가열하여 가열된 섬유 혼합물 슬러리를 제조한다. 온도는 상기 다성분 섬유로부터 상기 설포폴리에스터의 일부를 제거하기에 충분한 온도이다. 본 발명의 하나의 실시양태에서, 상기 섬유 혼합물 슬러리는 약 50℃ 내지 약 100℃ 범위의 온도로 가열된다. 다른 온도 범위는 약 70℃ 내지 약 100℃, 약 80℃ 내지 약 100℃, 및 약 90℃ 내지 약 100℃이다.
- [0281] 임의적으로, 상기 섬유 혼합물 슬러리는 전단 대역에서 혼합된다. 혼합량은 다성분 섬유로부터 상기 수분산성 설포폴리에스터의 일부를 분산 및 제거하여 상기 비-수분산성 중합체 극세사를 분리하기에 충분한 양이다. 본 발명의 하나의 실시양태에서, 90%의 설포폴리에스터가 제거된다. 또 다른 실시양태에서, 95%의 설포폴리에스터가 제거되며, 또 다른 실시양태에서, 98% 이상의 설포폴리에스터가 제거된다. 전단 대역은 상기 다성분 섬유로부터 상기 수분산성 설포폴리에스터의 일부를 분산 및 제거하여 상기 비-수분산성 중합체 극세사를 분리하는 데 필요한 전단 작용을 제공할 수 있는 임의의 유형의 장치를 포함할 수 있다. 이러한 장치의 예는 펄프제조기(pulper) 및 리파이너(refiner)를 포함하나 그에 한정되지 않는다.
- [0282] 상기 다성분 섬유 중의 수분산성 설포폴리에스터를 물과 접촉시키고 가열한 후 분산시키고 비-수분산성 중합체 섬유로부터 분리하여, 설포폴리에스터 분산액 및 비-수분산성 중합체 극세사를 포함하는 슬러리 혼합물을 생성한다. 이후, 상기 비-수분산성 중합체 극세사는 당업계에 공지된 임의의 수단에 의해 설포폴리에스터 분산액으로부터 분리될 수 있다. 예를 들어, 슬러리 혼합물은 예를 들어 스크린 및 필터와 같은 분리 장치를 통해 발송될 수 있다. 임의적으로, 상기 비-수분산성 중합체 극세사를 1회 또는 수회 세척하여 수분산성 설포폴리에스

터를 더 제거할 수 있다.

- [0283] 수분산성 설포폴리에스터의 제거는 슬러리 혼합물의 물리적 관찰을 통해 측정될 수 있다. 비-수분산성 중합체 극세사를 행구는데 사용된 물은 수분산성 설포폴리에스터가 대부분 제거되었을 경우 투명하다. 수분산성 설포폴리에스터가 아직 제거되고 있을 경우, 행구는데 사용된 물은 우유빛일 수 있다. 또한, 수분산성 설포폴리에스터가 비-수분산성 중합체 극세사 상에 남아 있을 경우, 극세사는 접촉시에 다소간 점착성일 수 있다.
- [0284] 수분산성 설포폴리에스터는 당업계에서 공지된 임의의 방법에 의해 설포폴리에스터 분산액으로부터 회수될 수 있다.
- [0285] 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 하나 이상의 비-수분산성 중합체를 포함하고 5 μ m 미만의 등가 직경 및 25mm 미만의 길이를 갖는 비-수분산성 중합체 극세사가 제공된다. 이 비-수분산성 중합체 극세사는 극세사를 제조하기 위한 전술된 공정에 의해 제조된다. 본 발명의 또 다른 양태에서, 비-수분산성 중합체 극세사는 3 μ m 미만의 등가 직경 및 25mm 미만의 길이를 갖는다. 본 발명의 다른 실시양태에서, 비-수분산성 중합체 극세사는 5 μ m 미만 또는 3 μ m 미만의 등가 직경을 갖는다. 본 발명의 다른 실시양태에서, 비-수분산성 중합체 극세사는 12mm 미만; 10mm 미만, 6.5mm 미만, 및 3.5mm 미만의 길이를 가질 수 있다. 다성분 섬유 중의 도메인들 또는 단편들은 일단 분리되면 비-수분산성 중합체 극세사를 제공한다.
- [0286] 또한, 본 발명은 상기한 수분산성 섬유, 다성분 섬유, 극세사, 또는 비-수분산성 중합체 극세사를 포함하는 섬유 물품을 포함한다. "섬유 물품"이란 용어는, 섬유를 갖거나 섬유와 유사한 임의의 제품을 의미하는 것으로 이해된다. 섬유 물품의 비제한적 예는 멀티필라멘트 섬유, 안, 코드, 테이프, 직물, 습식 웹, 건식 웹, 펠트 블로운 웹, 스펀본디드 웹, 써모본디드 웹, 고수압직조된 웹, 부직 웹 및 부직포, 및 이들의 조합물; 예를 들어 다층 부직포, 라미네이트, 및 이러한 섬유, 거즈, 붕대, 기저귀, 트레이닝 팬츠, 탐폰, 수술용 가운 및 마스크, 여성 생리대로부터의 복합물과 같은 하나 이상의 섬유의 층을 갖는 물품 등을 포함한다. 또한, 비-수분산성 극세사는 공기 여과, 액체 여과, 식품 제조를 위한 여과, 의료 제품을 위한 여과, 및 제지 공정 및 종이 제품을 위한 여과 매질에 사용될 수 있다. 또한, 상기 섬유 물품은 다양한 개인 위생 및 세정 제품을 위한 교환 삽입품을 포함할 수 있다. 본 발명의 섬유 물품은 수분산성이거나 수분산성이 아닐 수 있는 다른 물질에 결합, 적층, 부착되거나, 그와 연계하여 사용될 수 있다. 상기 섬유 물품, 예를 들어 부직포층은, 폴리에틸렌과 같은 비-수분산성 물질의 가요성 플라스틱 필름 또는 이재(backing)에 결합될 수 있다. 이러한 조립품은, 예를 들어 1회용 기저귀의 한 구성요소로서 사용될 수 있다. 또한, 섬유 물품은 다른 기재에 섬유를 오버블로우잉함에 기인하여, 엔지니어링된 펠트 블로운, 스펀본드, 필름, 또는 막 구조의 고도로 구색 갖춘 조합물을 형성할 수 있다.
- [0287] 본 발명의 섬유 물품은 부직포 및 부직 웹을 포함한다. "부직포"는, 직조 또는 편조 조직 없이 섬유 웹으로부터 직접 제조된 직물로 정의된다. 더 텍스타일 인스티튜트(The Textile Institute)는, 부직을 안이 아닌 섬유로부터 직접 제조한 텍스타일 구조로 정의한다. 이 직물은 보통 연속 필라멘트로부터 제조되거나 강화된 섬유 웹 또는 매트(batt)로부터, 접착제 결합, 바느질 또는 유체 제트 엉킴(entanglement)에 의한 기계적 맞물림(interlocking), 열 결합, 및 스티치 결합을 포함하지만 그에 한정되지 않는 다양한 기법을 이용하여 제조된다. 예를 들어, 본 발명의 다성분 섬유는 임의의 공지된 직물 형성 공정에 의해 직물로 형성될 수 있다. 생성된 직물 또는 웹은 다성분 섬유가 분할되도록 하기에 충분한 힘을 가함에 의해, 또는 웹을 물과 접촉시켜 설포폴리에스터를 제거함으로써 잔여 극세사를 뒤에 남기는 것에 의해 극세사 웹으로 전환될 수 있다.
- [0288] 그러므로 본 발명은,
- [0289] (A) 57 $^{\circ}$ C 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖는 수분산성 설포폴리에스터 및 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 다성분 섬유로 방사하는 단계;
- [0290] (B) 상기 단계 (A)의 상기 다성분 섬유를 겹치고 수집하여 부직 웹을 형성하는 단계; 및
- [0291] (C) 상기 부직 웹을 물과 접촉시켜 상기 설포폴리에스터를 제거함으로써 극세사 웹을 형성하는 단계를 포함하는 극세사 웹의 제조 방법을 제공하며,
- [0292] 이때 상기 설포폴리에스터는,
- [0293] (i) 전체 산 잔기 기준으로 약 50 내지 약 96몰%의, 아이소프탈산 또는 테레프탈산 잔기 하나 이상;
- [0294] (ii) 전체 산 잔기 기준으로 약 4 내지 약 30몰%의 소디오설포아이소프탈산 잔기;

- [0296] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 25몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n 은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및
- [0297] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 20몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기
- [0298] 를 포함하고, 상기 다성분 섬유는, 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 단편들을 갖고, 상기 단편들은 상기 단편들 사이에 개재된 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고; 상기 섬유는 섬유의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다.
- [0299] 본 발명의 또 다른 실시양태에서,
- [0300] (A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상 및 상기 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 다성분 섬유로 방사하는 단계;
- [0301] (B) 상기 단계 (A)의 상기 다성분 섬유를 수집하여 부직 웹을 형성하는 단계; 및
- [0302] (C) 상기 부직 웹을 물과 접촉시켜 상기 폴리에스터를 제거함으로써 극세사 웹을 형성하는 단계
- [0303] 를 포함하는 극세사 웹의 제조 방법이 제공하며,
- [0304] 이때 상기 다성분 섬유는 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 갖고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있고; 상기 섬유는 약 6dpf 미만의 방사 테니어를 갖고; 상기 수분산성 설포폴리에스터는 240°C에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 약 12,000 포아즈 미만의 용융 점도를 나타내고, 이산 또는 다이올 잔기의 전체 몰 기준으로 약 25몰% 미만의 설포단량체 잔기 하나 이상을 포함한다.
- [0305] 본 발명의 또 다른 실시양태에서,
- [0306] (A) 수분산성 설포폴리에스터 하나 이상 및 상기 수분산성 설포폴리에스터와 비혼화성인 비-수분산성 중합체 하나 이상을 다성분 압출물로 압출하는 단계;
- [0307] (B) 상기 다성분 압출물을 약 2000m/min 이상의 속도로 용융 연신하여 다성분 섬유를 제조하는 단계;
- [0308] (C) 상기 단계 (B)의 상기 다성분 섬유를 수집하여 부직 웹을 형성하는 단계; 및
- [0309] (D) 상기 부직 웹을 물과 접촉시켜 상기 폴리에스터를 제거함으로써 극세사 웹을 형성하는 단계
- [0310] 를 포함하는 극세사 웹의 제조 방법이 제공되며;
- [0311] 이때 상기 다성분 압출물은 상기 비-수분산성 중합체를 포함하는 복수의 도메인들을 갖고, 상기 도메인들은 상기 도메인들 사이에 개재된 상기 수분산성 설포폴리에스터에 의해 서로 실질적으로 단리되어 있다.
- [0312] 상기 방법은 또한 바람직하게는 단계 (C) 이전에 부직 웹의 다성분 섬유를 고수압직조하는 단계를 포함한다. 또한, 상기 고수압직조 단계가, 다성분 섬유 중에 함유된 설포폴리에스터의 20중량% 미만의 손실, 더 바람직하게는 15중량% 미만의 손실, 가장 바람직하게는 10중량% 미만의 손실을 초래하는 것이 바람직하다. 고수압직조 동안 설포폴리에스터의 손실을 감소시키는 목적을 촉진하기 위해, 상기 공정 동안 사용되는 물은 바람직하게는 약 45°C 미만, 더 바람직하게는 약 35°C 미만, 가장 바람직하게는 약 30°C 미만의 온도를 갖는다. 다성분 섬유로부터의 설포폴리에스터의 손실을 최소화하기 위해 고수압직조 동안 사용되는 물은 가능한 한 실온에 가깝게 하는 것이 바람직하다. 역으로, 단계 (C) 동안의 설포폴리에스터 중합체의 제거는 바람직하게는 약 45°C 이상, 더 바람직하게는 약 60°C 이상, 가장 바람직하게는 약 80°C 이상의 온도를 갖는 물을 사용하여 수행된다.
- [0313] 고수압직조 후 및 단계 (C) 전에, 상기 부직 웹은, 상기 부직 웹을 약 100°C 이상, 더 바람직하게는 약 120°C 이상의 온도로 가열하는 것을 포함하는 열 고정 단계를 거칠 수 있다. 상기 열 고정 단계는 내부 섬유 응력을 완화시켜 치수 안정한 직물 제품을 제조하는데 도움을 준다. 열 고정된 물질이 열 고정 단계 동안 가열되었던 온도로 재가열될 경우, 그의 원래 표면적의 약 5% 미만의 표면적 수축률을 나타내는 것이 바람직하다. 더 바람직하게는, 수축률은 원래 표면적의 약 2% 미만이고, 가장 바람직하게는 수축률은 약 1% 미만이다.
- [0314] 다성분 섬유 중에 사용되는 설포폴리에스터는 본원에 기재된 것 중 임의의 것일 수 있으나, 설포폴리에스터는 240°C에서 1rad/sec의 변형률로 측정 시 약 6000포아즈 미만의 용융 점도를 갖고 설포단량체 잔기 하나 이상을 전체 반복 단위 기준으로 약 12몰% 미만 포함하는 것이 바람직하다. 이러한 유형의 설포폴리에스터는 본원에서

앞서 기술하였다.

- [0315] 또한, 본 발명의 방법은 바람직하게는 다성분 섬유를 섬유 속도 2000m/min 이상, 더 바람직하게는 약 3000m/min 이상, 더욱 더 바람직하게는 약 4000m/min 이상, 가장 바람직하게는 약 5000m/min 이상의 섬유 속도로 연신하는 단계를 포함한다.
- [0316] 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 상기 비-수분산성 중합체 극세사를 포함하는 부직포 제품이 제조될 수 있다. 상기 부직포 제품은 비-수분산성 중합체 극세사를 포함하고, 건식-레이드 공정 및 습식-레이드 공정으로 이루어진 군으로부터 선택되는 공정에 의해 제조된다. 다성분 섬유 및 비-수분산성 중합체 극세사를 제조하는 방법은 본 명세서에서 이전에 개시되었다.
- [0317] 본 발명의 하나의 실시양태에서, 1% 이상의 비-수분산성 중합체 극세사가 부직 물품에 함유된다. 부직 물품에 함유되는 비-수분산성 중합체 극세사의 다른 양은 10% 이상, 25% 이상, 및 50% 이상이다.
- [0318] 본 발명의 또 다른 양태에서, 부직 물품은 또한 하나 이상의 다른 섬유를 포함할 수 있다. 상기 다른 섬유는 제조될 부직 물품의 유형에 따라 당업계에 공지된 임의의 것일 수 있다. 본 발명의 하나의 실시양태에서, 상기 다른 섬유는 셀룰로스 섬유 펄프, 유리 섬유, 폴리에스터 섬유, 나일론 섬유, 폴리올레핀 섬유, 레이온 섬유 셀룰로스 에스터 섬유, 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0319] 부직 물품은 또한 하나 이상의 첨가제를 또한 포함할 수 있다. 첨가제는 전분, 충전제, 및 결합제를 포함하나 그에 한정되지 않는다. 다른 첨가제는 본 개시내용의 다른 부분에서 논의되어 있다.
- [0320] 일반적으로, 다성분 섬유로부터 제조된 비-수분산성 극세사로부터 부직 물품을 제조하는 방법은, 건식 웹, 습식 웹, 및 이들 공정 상호간의 또는 이들 공정과 다른 부직 공정과의 조합의 군으로 나눌 수 있다.
- [0321] 일반적으로, 건식 부직 물품은 건조 상태에서 섬유를 다루도록 설계된 스테이플 섬유 가공 기계장치로 제조된다. 이것은 기계적 공정, 예컨대 카딩(carding), 공기역학, 및 다른 에어레이(air-laid) 경로를 포함한다. 또한 이 범주에 포함되는 것은 토우(tow) 형태의 필라멘트로부터 제조된 부직 물품, 및 스테이플 섬유 및 스티칭 필라멘트 또는 양, 즉 스티치본디드 부직포로 구성된 직물이다. 카딩은, 섬유를 풀고, 세정하고, 서로 혼합하여, 부직 물품으로의 추가의 가공을 위한 웹을 제조하는 공정이다. 상기 공정은 기계적인 엉킴 및 섬유-섬유 마찰에 의해 웹으로서 유지되는 섬유를 지배적으로 정렬시킨다. 카드(card)는 일반적으로 하나 이상의 주 원통, 롤러, 또는 부동 톱(stationary tops), 하나 이상의 도퍼(doffer), 또는 이들 주 구성요소의 다양한 조합물로 일반적으로 구성된다. 카드의 한 예는 롤러 카드이다. 카딩 작용은 일련의 상호작용하는(interworking) 카드 롤러 상의 카드의 점들 사이에서 비-수분산성 중합체 극세사를 빗질 또는 작업하는 것이다. 다른 유형의 카드는 모, 면, 및 랜덤 카딩을 포함한다. 가네트(garnett)도 상기 섬유를 정렬시키는데 사용될 수 있다.
- [0322] 건식-레이드 공정에서 비-수분산성 중합체 극세사는 에어레이에 의해 정렬될 수 있다. 상기 섬유는 공기 흐름에 의해 편평(flat) 컨베이어 또는 드럼일 수 있는 컬렉터로 인도된다.
- [0323] 압출-형성된 웹도 본 발명의 다성분 섬유로부터 제조될 수 있다. 예는 스펀본드 및 멜트 블로우를 포함한다. 압출 기술은 스펀본드, 멜트 블로우, 및 다공-필름 부직 물품을 제조하는 데 사용된다. 상기 부직 물품은 용융 방사, 필름 캐스팅, 및 압출 코팅과 같은 중합체 압출법과 관련된 기계장치로 제조된다. 이후 부직 물품을 물과 접촉시켜 수분산성 설폴리올에스터를 제거함으로써 비-수분산성 중합체 극세사를 포함하는 부직 물품을 제조한다.
- [0324] 스펀본드 공정에서, 다성분 필라멘트를 압출함으로써 수분산성 설폴리올에스터 및 비-수분산성 중합체를 직접 직물로 변형시키고, 다발 또는 그루핑으로서 배향시키고, 컨베잉 스크린 상에 층상으로 쌓아 올리고, 서로 맞물리게 한다. 맞물림(interlocking)은 열 용착, 기계적 엉킴, 고수압직조, 화학적 결합제, 또는 이들 공정의 조합에 의해 실시될 수 있다.
- [0325] 멜트 블로우 직물도 수분산성 설폴리올에스터 및 비-수분산성 중합체로부터 직접 제작될 수 있다. 중합체를 용융시키고 압출한다. 용융물이 압출 구멍을 통과하자마자, 고온 공기로 블로우잉된다. 공기 스트림은 용융된 중합체를 가늘게 하고 고화시킨다. 이후 다성분 섬유를 공기 스트림으로부터 웹으로서 분리하고 가열된 물 사이에서 압착한다.
- [0326] 조합된 스펀본드 및 멜트본드 공정도 부직 물품을 제조하는 데 이용될 수 있다.
- [0327] 습식-레이드 공정은 부직 물품을 제조하는 데 제지 기술을 이용하는 것을 포함한다. 상기 부직 물품은 펄프 섬유

유화, 예컨대 해머 밀, 및 종이형성(paperforming)과 연관된 기계장치로 제조된다. 예를 들어, 짧은 섬유를 유체 중에서 다루도록 설계된 연속식 스크린 상으로 슬러리 펌핑하는 것이다.

- [0328] 습식-레이드 공정의 하나의 실시양태에서, 상기 비-수분산성 중합체 극세사는 물에 현탁되고, 형성 스크린(forming screen)을 통해 물이 배수 제거되는 형성 단위로 보내어져, 섬유가 스크린 와이어 상에 퇴적된다.
- [0329] 습식-레이드 공정의 또 다른 실시양태에서, 상기 비-수분산성 중합체 극세사는 탈수 모듈(흡인 상자, 호일 및 만곡자(curvature)) 상의 수력학적 형성자의 시작에서 회전하는 체 또는 와이어 메쉬 상에서 1500m/분에 달하는 고속으로 탈수된다. 이후 시트를 이 와이어 상에 고정시키고 탈수를 진행시켜 고형분 함량이 약 20 내지 30%가 되게 한다. 이후 시트를 압축하고 건조시킨다.
- [0330] 습식-레이드 공정의 또 다른 실시양태에서, 상기 공정은 하기 단계 (a) 내지 (d)를 포함한다:
- [0331] (a) 임의적으로, 비-수분산성 중합체 극세사를 물로 행구는 단계;
- [0332] (b) 상기 비-수분산성 중합체 극세사에 물을 첨가하여 비-수분산성 중합체 극세사 슬러리를 제조하는 단계;
- [0333] (c) 임의적으로, 다른 섬유 및/또는 첨가제를 상기 비-수분산성 중합체 극세사 또는 슬러리에 첨가하는 단계; 및
- [0334] (d) 상기 비-수분산성 중합체 극세사 함유 슬러리를 습식-레이드 부직 대역으로 전달하여 부직 물품을 제조하는 단계.
- [0335] 상기 단계 (a)에서, 행구는 횡수는 상기 비-수분산성 중합체 극세사의 선택된 특정 용도에 좌우된다. 상기 단계 (b)에서, 습식-레이드 부직 대역으로 발송하도록 하는데 충분한 양의 물을 극세사에 첨가한다.
- [0336] 습식-레이드 부직 대역은 습식-레이드 부직 물품을 제조하기 위한 공지된 임의의 장치를 포함한다. 본 발명의 하나의 실시양태에서, 습식-레이드 부직 대역은 비-수분산성 중합체 극세사 슬러리로부터 물을 제거하기 위한 하나 이상의 스크린, 메쉬, 또는 체를 포함한다.
- [0337] 본 발명의 또 다른 실시양태에서, 비-수분산성 중합체 극세사 슬러리는 습식-레이드 부직 대역으로 전달되기 전에 혼합된다.
- [0338] 웹-본딩 공정이 또한 부직 물품을 제조하기 위해 이용될 수 있다. 이는 화학적 및 물리적 공정으로 나눌 수 있다. 화학적 결합은 섬유 및/또는 섬유 웹을 함께 결합시키는데 수계 및 용매계 중합체를 사용하는 것을 지칭한다. 상기 결합제는 포화, 함침, 분무, 인쇄, 또는 발포체로서의 도포에 의해 도포될 수 있다. 물리적 결합 공정은 캘린더링 및 고온 공기 본딩과 같은 열 공정, 및 바느질 및 고수압직조와 같은 기계적 공정을 포함한다. 니들링(needling) 또는 니들-편칭 공정은 섬유의 일부를 수평에 가까운 위치로부터 수직에 가까운 위치로 물리적으로 이동시킴으로써 섬유를 기계적으로 얽히게 한다. 니들-편칭은 니들룸(needleloom)에 의해 실시될 수 있다. 니들룸은 일반적으로 웹-공급 기구, 바늘을 보유하는 니들보드를 포함하는 니들 빔, 스트리퍼 플레이트, 베드 플레이트, 및 직물 권취 기구를 함유한다.
- [0339] 스티치본딩은 사를 갖거나 갖지 않는 편조 요소를 사용하여 섬유 웹을 맞물리게 하는 기계적 결합 방법이다. 스티치본딩 기계의 예는 말리왈트(Maliwatt), 아라크네(Arachne), 말리블리즈(Malivlies), 및 아라베바(Arabeva)를 포함하나 그에 한정되지 않는다.
- [0340] 부직 물품은, (1) 웹 또는 매트(mat)로의 기계적인 섬유 결속 및 맞물림; (2) 특정 중합체 및 중합체 블렌드의 열가소성 특성을 이용하는 결합제 섬유의 사용을 포함하는 섬유를 융착시키는 다양한 기법; (3) 전분, 카세인, 셀룰로스 유도체, 또는 아크릴계 라텍스 또는 우레탄과 같은 합성 수지와 같은 결합 수지의 사용; (4) 분말 접착제 결합제; 또는 (5) 이들의 조합에 의해 함께 유지될 수 있다. 섬유는 종종 무작위한 방식으로 퇴적되지만, 한 방향으로의 배향이 가능하며, 이후에 상술한 방법 중 하나를 이용하여 결합된다.
- [0341] 본 발명의 섬유 물품은 또한 수분산성 섬유, 다성분 섬유, 또는 극세사의 하나 이상의 층을 포함할 수 있다. 섬유 층은 하나 이상의 부직포 층, 느슨하게 결합된 중첩된 섬유, 또는 이들의 조합일 수 있다. 또한, 섬유 물품은 아동 관리 제품, 예컨대 유아 기저귀; 아동 트레이닝 팬츠; 성인 관리 제품, 예컨대 성인용 기저귀 및 성인용 실금 패드; 여성 관리 제품, 예컨대 여성 생리대, 팬티 라이너, 및 탐폰; 와이프; 섬유-함유 세정 제품; 의료 및 수술 관리 제품, 예컨대 의료용 와이프, 티슈, 거즈, 검사 베드 커버, 수술용 마스크, 가운, 붕대, 및 상처 드레싱; 직물; 엘라스토머성 안, 와이프, 테이프, 다른 보호 배리어, 및 포장재를 포함하나 그에 한정되지 않는 퍼스널 케어 및 헬스 케어 제품을 포함할 수 있다. 섬유 물품은 액체를 흡수하는 데 사용될 수 있거나 다

양한 액체 조성물로 미리 습윤되고 이 조성물을 표면에 전하는 데 사용될 수 있다. 액체 조성물의 비제한적 예는 습윤제; 세정제; 피부 관리 제품, 예컨대 화장품, 연고, 약제, 연화약, 및 방향제를 포함한다. 섬유 물품은 또한 흡수성을 개선하기 위해 또는 전달 비히클로서 다양한 분말 및 미립자를 포함할 수 있다. 분말 및 미립자의 예는 탈크, 전분, 다양한 수흡수성, 수분산성, 또는 수팽윤성 중합체, 예컨대 초흡수성 중합체, 셀포폴리에스터, 및 폴리(바이닐알코올), 실리카, 안료, 및 마이크로캡슐을 포함하나 그에 한정되지 않는다. 또한, 첨가제는 특정 용도에 대한 필요에 따라 존재할 수 있으나, 요구되지는 않는다. 첨가제의 예는 산화안정제, UV 흡수제, 착색제, 안료, 불투명화제(소광제; delustrant), 광증백제, 충전제, 핵형성제, 가스제, 점도개질제, 표면개질제, 향균제, 살균제, 저온 유동성 억제제, 분지화제, 및 촉매를 포함하나 그에 한정되지 않는다.

[0342] 수분산성인 것에 더하여, 상술된 섬유 물품은 변기에 버릴 수 있을 수 있다. 본원에서 "수세성"이란 용어는, 통상적인 화장실에서 변기에 버려져서, 화장실 또는 하수 시스템에서 방해 또는 막힘을 초래하지 않고 지역의 하수 또는 주거의 정화 시스템으로 도입될 수 있음을 의미한다.

[0343] 상기 섬유 물품은 제 2 수분산성 중합체를 포함하는 수분산성 필름을 또한 포함할 수 있다. 상기 제 2 수분산성 중합체는 본 발명의 섬유 및 섬유 물품에 사용되는 전술한 수분산성 중합체와 동일하거나 상이할 수 있다. 하나의 실시양태에서, 예를 들어, 상기 제 2 수분산성 중합체는 차례로 하기 (A) 내지 (D)를 포함하는 추가적인 셀포폴리에스터일 수 있다:

[0344] (A) 전체 산 잔기 기준으로 약 50 내지 약 96몰%의, 아이소프탈산 또는 테레프탈산 잔기 하나 이상;

[0345] (B) 전체 산 잔기 기준으로 약 4 내지 약 30몰%의 소디오셀포아이소프탈산 잔기;

[0346] (C) 전체 다이올 잔기 기준으로 15몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상;

[0347] (D) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 20몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기.

[0348] 상기 추가적인 셀포폴리에스터는, 생성된 섬유 물품의 특성을 개질시키기 위해 상기한 하나 이상의 보조 중합체와 블렌딩될 수 있다. 상기 보조 중합체는 용도에 따라 수분산성이거나 수분산성이 아닐 수 있다. 상기 보조 중합체는 상기 추가적인 셀포폴리에스터와 혼화성이거나 비혼화성일 수 있다.

[0349] 추가적인 셀포폴리에스터는 다른 농도, 예를 들어 약 60 내지 약 95몰%, 및 약 75 내지 약 95몰%의 아이소프탈산 잔기를 함유할 수 있다. 아이소프탈산 잔기 농도 범위의 추가적인 예는 약 70 내지 약 85몰%, 약 85 내지 약 95몰% 및 약 90 내지 약 95몰%이다. 추가적인 셀포폴리에스터는 또한 약 25 내지 약 95몰%의 다이에틸렌 글리콜 잔기를 포함할 수 있다. 다이에틸렌 글리콜 잔기 농도 범위의 추가적인 예는 약 50 내지 약 95몰%, 약 70 내지 약 95몰%, 및 약 75 내지 약 95몰%를 포함한다. 추가적인 셀포폴리에스터는 또한 에틸렌 글리콜 및/또는 1,4-사이클로헥세인다이메탄올 잔기를 포함할 수 있다. CHDM 잔기의 전형적인 농도 범위는 약 10 내지 약 75몰%, 약 25 내지 약 65몰%, 및 약 40 내지 약 60몰%이다. 에틸렌 글리콜 잔기의 전형적인 농도 범위는 약 10 내지 약 75몰%, 약 25 내지 약 65몰%, 및 약 40 내지 약 60몰%이다. 또 다른 실시양태에서, 추가적인 셀포폴리에스터는 약 75 내지 약 96몰%의 아이소프탈산 잔기 및 약 25 내지 약 95몰%의 다이에틸렌 글리콜 잔기를 포함한다.

[0350] 본 발명에 따르면, 섬유 물품의 셀포폴리에스터 필름 성분은 단층 또는 다층 필름으로서 제조될 수 있다. 단층 필름은 통상적인 캐스팅 기법에 의해 제조될 수 있다. 다층 필름은 통상적인 적층법 등에 의해 제조될 수 있다. 필름은 통상적인 두께일 수 있지만, 전체 두께는 보통 약 2 내지 약 50mil이다.

[0351] 필름-함유 섬유 물품은 상술한 바와 같은 수분산성 섬유 층을 하나 이상 포함할 수 있다. 상기 섬유 층은 하나 이상의 부직포 층, 느슨하게 결합된 중첩된 섬유의 층, 또는 이들의 조합일 수 있다. 또한, 필름-함유 섬유 물품은 본원에서 상기한 바와 같은 개인 및 헬스 케어 제품을 포함할 수 있다.

[0352] 전술한 바와 같이, 섬유 물품은 또한 흡수성을 개선하기 위해 또는 전달 비히클로서 다양한 분말 및 미립자를 포함할 수 있다. 그러므로, 하나의 실시양태에서, 본 발명의 섬유 물품은 본원에서 전술한 수분산성 중합체 성분과 동일하거나 상이할 수 있는 제 3 수분산성 중합체를 포함하는 분말을 포함한다. 분말 및 미립자의 다른 예는 탈크, 전분, 다양한 수흡수성, 수분산성, 또는 수팽윤성 중합체, 예컨대 폴리(아크릴로니트릴), 셀포폴리에스터, 및 폴리(바이닐 알코올), 실리카, 안료, 및 마이크로캡슐을 포함하나 그에 한정되지 않는다.

- [0353] 본 발명의 신규한 섬유 및 섬유 물품은 상기한 용도 외에도 많은 가능한 용도를 갖는다. 하나의 신규한 용도는 필름 또는 부직포를 편평면, 곡면, 또는 성형된 표면에 멜트 블로우잉하여 보호층을 제공하는 것을 포함한다. 이러한 층은 선적 동안 연속성 있는 장비에 표면 보호를 제공한다. 목적지에서, 상기 장비를 사용하기 전에, 설폴폴리에스터의 외부 층은 세척 제거될 수 있다. 이러한 일반적인 용도 개념의 추가적인 실시양태는 몇몇 제 사용가능 또는 제한된 사용의 외부 또는 커버를 위한 임시 배리어층을 제공하는 개인 보호 제품을 포함할 수 있다. 군사용으로, 활성화된 탄소 및 화학 흡수제를 가늘어지는 필라멘트 패턴 상으로 컬렉터 직전에 분무하여 멜트 블로우 매트릭스가 그 전체를 노출된 표면에 고착시키도록 할 수 있다. 화학 흡수제는 심지어 위협이 발생할 때 전방 조작 영역에서 또 다른 층 상에 멜트 블로우잉함에 의해 변화될 수 있다.
- [0354] 설폴폴리에스터에 내재하는 주된 이점은 이온성 잔기(예컨대 염)의 첨가에 의해 응집(flocculation) 또는 침전을 통하여 수성 분산액으로부터 중합체를 제거 또는 회수하는 것의 용이성이다. 다른 방법, 예컨대 pH 조정, 비용매 첨가, 동결 등도 사용할 수 있다. 따라서, 섬유 물품, 예컨대 외부 마모 보호 외피는, 성공적인 보호 배리어 사용 후에 중합체가 설사 유해한 폐기물로 되더라도, 잠재적으로 소각과 같은 허용되는 절차를 위해 훨씬 적은 체적으로 안전하게 취급될 수 있다.
- [0355] 용해되지 않았거나 건조된 설폴폴리에스터는 플러프(fluff) 펄프, 면, 아크릴, 레이온, 라이오셀(lyocell), PLA(폴리락타이드), 셀룰로스 아세테이트, 셀룰로스 아세테이트 프로피오네이트, 폴리(에틸렌) 테레프탈레이트, 폴리(뷰틸렌) 테레프탈레이트, 폴리(트라이메틸렌) 테레프탈레이트, 폴리(사이클로헥실렌) 테레프탈레이트, 코폴리에스터, 폴리아마이드(나일론), 스테인레스 강, 알루미늄, 처리된 폴리올레핀, PAN(폴리아크릴로나이트릴), 및 폴리카보네이트를 포함하나 그에 한정되지 않는 광범위한 기재와 강한 접착성 결합을 형성하는 것으로 알려져 있다. 그러므로, 본 발명의 부직포는 열, 라디오파(RF), 마이크로파, 및 초음파법과 같은 공지된 기법에 의해 결합될 수 있는 적층 접착제 또는 결합체로서 사용될 수 있다. RF 활성화를 가능케 하는 설폴폴리에스터의 적용은 최근의 다수의 특허에 개시되어 있다. 그러므로, 본 발명의 신규한 부직포는 접착제 용도에 더하여 2기능성 또는 심지어 다기능성을 가질 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 부직포가 최종 조립품의 유체 관리 구성요소뿐만 아니라 수반성 접착체로서 작용하는 1회용 아기 기저귀가 얻어질 수 있다.
- [0356] 또한, 본 발명은,
- [0357] (A)(i) 다이카복실산 잔기 하나 이상;
- [0358] (ii) 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설폴네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설폴단량체 잔기 하나 이상;
- [0359] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 20몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및
- [0360] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기
- [0361] 를 포함하고, 중합체 조성물의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유하는 수분산성 중합체 조성물을 그의 유동점보다 높은 온도로 가열하는 단계; 및
- [0362] (B) 필라멘트를 용융 방사하는 단계
- [0363] 를 포함하는, 수분산성 섬유의 제조 방법을 제공한다.
- [0364] 본원에서 상술한 바와 같이, 수분산성 중합체는 임의적으로 설폴폴리에스터와 블렌딩될 수 있다. 또한, 비-수분산성 중합체는 임의적으로 설폴폴리에스터와 블렌딩되어 비혼화성 블렌드인 블렌드를 형성할 수 있다. 본원에서 사용되는 "유동점"이란 용어는, 상기 중합체 조성물의 점도가 방사구 또는 압출 다이를 통한 압출 또는 다른 형태의 가공을 허용하는 온도를 의미한다. 다이카복실산 잔기는 설폴단량체의 유형 및 농도에 따라 약 60 내지 약 100몰%의 산 잔기를 포함할 수 있다. 다이카복실산 잔기의 농도 범위의 다른 예는 약 60몰% 내지 약 95몰% 및 약 70몰% 내지 약 95몰%이다. 바람직한 다이카복실산 잔기는 아이소프탈산, 테레프탈산, 및 1,4-사이클로헥세인-다이카복실산이거나, 다이에스터가 사용될 경우, 다이메틸 테레프탈레이트, 다이메틸 아이소프탈레이트, 및 다이메틸-1,4-사이클로헥세인다이카복실레이트이며, 아이소프탈산 및 테레프탈산 잔기가 특히 바람직하다.
- [0365] 상기 설폴단량체는 설폴네이트기를 함유하는 다이카복실산 또는 그의 에스터, 설폴네이트기를 함유하는 다이올,

또는 설포네이트기를 함유하는 하이드록시산일 수 있다. 설포단량체 잔기의 농도 범위의 추가적인 예는 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 25몰%, 약 4 내지 약 20몰%, 약 4 내지 약 15몰%, 및 약 4 내지 약 10몰%이다. 설포네이트염의 양이온은 Li^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{++} , Ca^{++} , Ni^{++} , Fe^{++} 등과 같은 금속 이온일 수 있다. 다르게는, 설포네이트염의 양이온은 전술한 바와 같은 질소성 염기와 같은 비금속성일 수 있다. 본 발명의 방법에 사용될 수 있는 설포단량체 잔기의 예는 설포프탈산, 설포테레프탈산, 설포아이스프탈산의 금속 설포네이트염, 또는 이들의 조합이다. 사용될 수 있는 설포단량체의 또 다른 예는 5-소디오설포아이스프탈산 또는 그의 에스터이다. 설포단량체 잔기가 5-소디오설포아이스프탈산으로부터 나올 경우, 전형적인 설포단량체 농도 범위는 전체 산 잔기 기준으로 약 4 내지 약 35몰%, 약 8 내지 약 30몰%, 및 약 10 내지 25몰%이다.

[0366] 본 발명의 설포폴리에스터는 지방족, 지환족, 및 아르알킬 글리콜을 포함할 수 있는 하나 이상의 다이올 잔기를 포함한다. 지환족 다이올, 예를 들어 1,3- 및 1,4-사이클로헥세인다이메탄올은, 그의 순수한 시스 또는 트랜스 이성질체로서 존재하거나 시스 및 트랜스 이성질체의 혼합물로서 존재할 수 있다. 예컨대 n이 2 내지 6인 저분자량 폴리에틸렌 글리콜의 비제한적 예는 다이에틸렌 글리콜, 트라이에틸렌 글리콜, 및 테트라에틸렌 글리콜이다. 이들 저분자량 글리콜 중에서, 다이에틸렌 및 트라이에틸렌 글리콜이 가장 바람직하다. 설포폴리에스터는 임의적으로 분지화 단량체를 포함할 수 있다. 분지화 단량체의 예는 본원에 상술한 바와 같다. 분지화 단량체 농도 범위의 추가적인 예는 0 내지 약 20몰% 및 0 내지 약 10몰%이다. 본 발명의 신규한 방법의 설포폴리에스터는 25°C 이상의 T_g 를 갖는다. 설포폴리에스터에 의해 나타나는 유리 전이 온도의 추가적인 예는 30°C 이상, 35°C 이상, 40°C 이상, 50°C 이상, 60°C 이상, 65°C 이상, 80°C 이상, 및 90°C 이상이다. 다른 T_g 도 가능하지만, 본 발명의 건조 설포폴리에스터의 전형적인 유리 전이 온도는 약 30°C, 약 48°C, 약 55°C, 약 65°C, 약 70°C, 약 75°C, 약 85°C, 및 약 90°C이다.

[0367] 수분산성 섬유는 멜트 블로잉 공정에 의해 제조된다. 중합체를 압출기에서 용융시키고 다이로 통해 밀어낸다. 다이로 빠져나오는 압출물은 고온, 고속 공기에 의해 신속하게 초미세(ultrafine) 직경으로 가늘어진다. 섬유의 배향, 냉각 속도, 유리 전이 온도(T_g), 및 결정화 속도는, 압출물이 가늘어지는 동안 중합체의 점도 및 가공 특성에 영향을 미치기 때문에 중요하다. 필라멘트를 이동 벨트, 원통형 드럼, 회전 맨드릴 등과 같은 갱신가능한 표면 상에 수집한다. 펠릿의 예비건조(필요시), 압출기 대역 온도, 용융 온도, 스크류 디자인, 스루풋 속도, 공기 온도, 공기 유동(속도), 다이 공기 갭 및 셋백(setback), 노즈 팁 홀 크기, 다이 온도, 다이-투-컬렉터(die-to-collector; DCP) 거리, 급랭 환경, 컬렉터 속도, 및 후처리는 필라멘트 직경, 평량, 웹 두께, 기공 크기, 부드러움, 및 수축률과 같은 제품 특징에 영향을 미치는 모든 요인이다. 또한, 고속 공기는 필라멘트를 다소간 무작위한 형식으로 이동시켜 광범위한 섞어짜임(interlacing)이 일어나도록 하는 데 사용될 수 있다. 이동 벨트가 다이 밑으로 이동할 경우, 부직포는 필라멘트의 중첩 레이다운(laydown), 기계적 점착(cohesiveness), 및 열 결합의 조합에 의해 제조될 수 있다. 스펀본드 또는 이재층과 같은 또 다른 기재 상으로의 오버블로잉도 가능하다. 필라멘트가 회전 맨드릴 상에 권취되는 경우, 원통형 제품이 형성된다. 수분산성 섬유 레이다운도 스펀본드 공정에 의해 제조될 수 있다.

[0368] 따라서, 본 발명은 또한,

[0369] (A)(i) 다이카복실산 잔기 하나 이상;

[0370] (ii) 전체 반복 단위 기준으로 약 4 내지 약 40몰%의, 방향족 또는 지환족 고리에 부착된 설포네이트기 하나 이상과 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 2개를 갖는 설포단량체 잔기 하나 이상;

[0371] (iii) 전체 다이올 잔기 기준으로 20몰% 이상이 $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ (이때, n은 2 내지 약 500 범위의 정수임)의 구조를 갖는 폴리(에틸렌 글리콜)인 다이올 잔기 하나 이상; 및

[0372] (iv) 전체 반복 단위 기준으로 0 내지 약 25몰%의, 하이드록실, 카복실 또는 이들의 조합인 작용기 3개 이상을 갖는 분지화 단량체 잔기

[0373] 를 포함하는 수분산성 중합체 조성물을 그의 유동점보다 높은 온도로 가열하는 단계;

[0374] (B) 필라멘트를 용융-방사하는 단계; 및

[0375] (C) 상기 단계 (B)의 필라멘트를 겹치고 수집하여 부직포를 형성하는 단계

[0376] 를 포함하는 수분산성 부직포의 제조 방법을 제공하며,

[0377] 이때 상기 설폴리올리메스터는 25℃ 이상의 유리 전이 온도(T_g)를 갖고; 상기 중합체 조성물은 상기 중합체 조성물의 전체 중량 기준으로 10중량% 미만의 안료 또는 충전제를 함유한다.

[0378] 본원에서 상술한 바와 같이, 수분산성 중합체가 임의적으로 설폴리올리메스터와 블렌딩될 수 있다. 또한, 비-수분산성 중합체가 임의적으로 설폴리올리메스터와 블렌딩되어 비혼화성 블렌드인 블렌드를 형성할 수 있다. 다이카복실산, 설폴리올리메스터, 및 분지화 단량체 잔기는 전술한 바와 같다. 설폴리올리메스터는 25℃ 이상의 T_g를 갖는다. 설폴리올리메스터에 의해 나타나는 유리 전이 온도의 추가적인 예는 30℃ 이상, 35℃ 이상, 40℃ 이상, 50℃ 이상, 60℃ 이상, 65℃ 이상, 80℃ 이상, 및 90℃ 이상이다. 다른 T_g도 가능하지만, 본 발명의 건조 설폴리올리메스터의 전형적인 유리 전이 온도는 약 30℃, 약 48℃, 약 55℃, 약 65℃, 약 70℃, 약 75℃, 약 85℃, 및 약 90℃이다. 본 발명은 하기 실시예에 의해 또한 설명된다.

[0379] **실시예**

[0380] 모든 펠렛 샘플은 진공하에 실온에서 12시간 이상 예비건조되었다. 하기 표 3에 나타난 분산 시간은 부직포 샘플의 완전 분산 또는 용해에 대한 것이다. 하기 표 2 및 3에 사용된 약어 "CE"는 "비교예"를 의미한다.

[0381] 실시예 1

[0382] 76몰% 아이소프탈산, 24몰% 소디오-설폴리올리메스터, 76몰% 다이에틸렌 글리콜, 및 24몰% 1,4-사이클로헥세인-다이메탄올을 함유하고 0.29의 Ih. V. 및 48℃의 T_g를 갖는 설폴리올리메스터를 공칭 6인치 다이(노즈피스에서 30홀/인치)를 통해 원통형 컬렉터 상으로 하기 표 1에 나타난 조건을 이용하여 펠트블로우잉했다. 간지(interleafing paper)는 필요하지 않았다. 롤 권취 조작 동안 폐색되지 않는 부드럽고 취급가능한 가요성 웹이 수득되었다. 물리적 특성을 하기 표 2에 제공한다. 부직포의 작은 조각(1"x3")은 하기 표 3의 데이터에서 나타난 바와 같이 실온(RT) 및 50℃ 물에서 살짝 진탕시킴으로써 쉽게 분산되었다.

표 1

[0383]

멜트 블로우잉 조건	
조작 조건	전형적인 값
다이 구조	
다이 선단 홀 직경	0.0185인치
홀 개수	120
에어 갭	0.060인치
셋백	0.060인치
압출기 배럴 온도(°F)	
대역 1	350
대역 2	510
대역 3	510
다이 온도(°F)	
대역 4	510
대역 5	510
대역 6	510
대역 7	510
대역 8	510
공기 온도(°F)	
노 출구 1	350
노 출구 2	700
노 출구 3	700
다이	530 - 546
압출 조건	
공기압	3.0psi
펌핑 후 용융물 압력	99 - 113psi
권취 조건	
스루풋	0.3g/홀/min 0.5g/홀/min

평량	36g/m ²
컬렉터 속도	20ft/min
컬렉터 거리	12인치

표 2

실시예	필라멘트 직경(μm)			IhV(전/후)	T _g /T _m (°C) (설포폴리./PP)
	최소	최대	평균		
1	5	18	8.7	0.29/0.26	39/적용불능
2	3	11	7.7	0.40/0.34	36/적용불능
CE 1	2	20	8	측정 안됨	36/163
CE 2	4	10	7	측정 안됨	36/164
CE 3	4	11	6	측정 안됨	35/161

[0384]

표 3

실시예	수온(°C)	초기 분해(분)	상당한 분해(분)	완전 분산(분)
1	23	<0.25	1	2
	50	<0.17	0.5	1
2	23	8	14	19
	50	<0.5	5	8
	80	<0.5	2	5
CE 1	23	0.5	>15	PP 분산 안됨
	50	0.5	>15	PP 분산 안됨
CE 2	23	0.5	>15	PP 분산 안됨
	50	0.5	>15	PP 분산 안됨
CE 3	23	<0.5	6	PP 분산 안됨
	50	<0.5	4	PP 분산 안됨

[0385]

[0386]

실시예 2

[0387]

89몰% 아이소프탈산, 11몰% 소디오셀포아이소프탈산, 72몰% 다이에틸렌 글리콜, 및 28몰% 에틸렌 글리콜을 함유하고 0.4의 Ih.V. 및 35°C의 T_g를 갖는 설포폴리에스터를 상기 표 1과 유사한 조건을 이용하여 6인치 다이로 통해 멜트블로우잉했다. 롤 권취 조작 동안 폐색하지 않는 부드럽고 취급가능한 가요성 웹이 획득되었다. 물리적 특성을 상기 표 2에 나타낸다. 상기 표 3의 데이터에서 나타나는 바와 같이, 부직포의 작은 조각(1"x2")은 50°C 및 80°C에서 쉽게 완전히 분산되었고; RT(23°C)에서는 완전한 분산을 위해 더 긴 시간이 소요되었다.

[0388]

실시예 1 및 2의 조성물은 다른 부직포 기재 상에 오버블로우잉될 수 있다는 것이 밝혀졌다. 통상적인 웹 컬렉터 대신 사용되는 성형되거나 윤곽이 있는 형태를 압축하여 포장하는 것도 가능하다. 그러므로, 웹의 원형 "조방사(roving)" 또는 플러그 형태를 얻는 것이 가능하다.

[0389]

비교예 1 내지 3

[0390]

89몰% 아이소프탈산, 11몰% 소디오셀포아이소프탈산, 72몰% 다이에틸렌 글리콜, 및 28몰% 에틸렌 글리콜을 함유하고 0.4의 Ih.V. 및 35°C의 T_g를 갖는 설포폴리에스터의 펠렛을 2성분 비율(중량%)로 폴리프로필렌(Base11 PF 008) 펠렛과 조합했다:

[0391]

75 PP : 25 설포폴리에스터 (실시예 3)

[0392]

50 PP : 50 설포폴리에스터 (실시예 4)

[0393]

25 PP : 75 설포폴리에스터 (실시예 5)

[0394]

PP는 800의 MFR(용융 유량; melt flow rate)을 가졌다. 멜트 블로우잉 조작을 24인치 폭 다이가 구비된 라인

상에서 실시하여 상기 표 2에 제공된 물리적 특성을 갖는 취급가능하고 부드럽고 가요성이지만 폐색하지 않는 웹을 수득했다. 부직포의 작은 조각(1"x4")은 상기 표 3에 보고된 바와 같이 쉽게 분해되었다. 그러나, 섬유 중 어느 것도 불용성 폴리프로필렌 성분 때문에 완전히 수분산성은 아니었다.

[0395] 실시예 3

[0396] 실시예 2에서 제조된 부직포의 원형 조각(4" 직경)을 2장의 면직물 사이의 접착층으로서 사용했다. 한니핀(Hannifin) 용융 압착을 이용하여 35psig의 압력을 200°C에서 30초 동안 인가함으로써 2장의 면을 융착시켰다. 생성된 조립품은 예외적으로 강한 결합 강도를 나타냈다. 면 기제는 접착 또는 결합이 떨어지기 전에 찢어졌다. 유사한 결과가 다른 셀룰로스에서 및 PET 폴리에스터 기제에서 얻어졌다. 강한 결합은 초음파 결합 기법에 의해서도 생성되었다.

[0397] 비교예 4

[0398] 1200의 MFR을 갖는 PP(Exxon 3356G)를 24" 다이로 사용하여 멜트 블로우잉하여 폐색하지 않고 롤로부터 쉽게 권출되는 가요성 부직포를 수득했다. 작은 조각(1"x4")은 RT 또는 50°C에서 15분 동안 물에 침지했을 때 물에 반응을 보이지 않았다(즉, 분해되지 않거나 평량의 손실이 없음).

[0399] 실시예 4

[0400] 82몰% 아이소프탈산, 18몰% 소디오셀포아이소프탈산, 54몰% 다이에틸렌 글리콜, 및 46몰% 1,4-사이클로헥세인다이메탄올을 함유하고 55°C의 T_g를 갖는 설포폴리에스터의 1성분 섬유를 실험실 스테이플 방사 라인 상에서 245°C (473°F)의 용융 온도에서 용융 방사했다. 방사 테니어는 약 8d/f였다. 권취관 상에서 약간의 폐색에 직면했으나, 10필라멘트 스트랜드는 82°C 및 5 내지 6의 pH의 진탕되지 않은 탈염수 내에서 10 내지 19초 이내에 쉽게 용해되었다.

[0401] 실시예 5

[0402] 82몰% 아이소프탈산, 18몰% 소디오셀포아이소프탈산, 54몰% 다이에틸렌 글리콜, 및 46몰% 1,4-사이클로헥세인다이메탄올(T_g 55°C)을 함유하는 설포폴리에스터 및 91몰% 아이소프탈산, 9몰% 소디오셀포아이소프탈산, 25몰% 다이에틸렌 글리콜, 및 75몰% 1,4-사이클로헥세인다이메탄올(T_g 65°C)을 함유하는 설포폴리에스터의 블렌드(75:25)로부터 각각 수득된 1성분 섬유를 실험실 스테이플 방사 라인 상에서 용융 방사했다. 블렌드는 설포폴리에스터 성분의 T_g의 가중 평균을 취함으로써 계산된 57°C의 T_g를 갖는다. 상기 10필라멘트 스트랜드는 권취관 상에서 폐색을 나타내지 않았으나, 82°C 및 5 내지 6의 pH에서 진탕되지 않은 탈염수에 20 내지 43초 이내에 쉽게 용해되었다.

[0403] 실시예 6

[0404] 실시예 5에 기재된 블렌드를 PET와 공-방사하여 2성분 해도 섬유를 수득했다. 설포폴리에스터 "바다"가, 80중량%의 PET "섬"을 함유하는 섬유의 20중량%인 구조가 수득되었다. 방적사 신율은 방사 직후에 190%였다. 사가 보빈으로부터 만족스럽게 권출되고 방사 1주 후에 가공되었을 때 폐색에 직면하지 않았다. 후속 조각에서, "바다"는 사를 88°C 연수욕으로 통과시킴으로써 용해되어 미세한 PET 필라멘트만을 남겼다.

[0405] 실시예 7

[0406] 이 예언적인 실시예는 본 발명의 다성분 및 극세사의 특수 종이의 제조에 대한 가능한 적용을 예시한다. 실시예 5에 기재된 블렌드를 PET와 공방사시켜 2성분 해도 섬유를 수득한다. 상기 섬유는 약 35중량% 설포폴리에스터 "바다" 성분 및 약 65중량% of PET "섬"을 함유한다. 권축가공되지 않은 섬유를 1/8인치 길이로 절단한다. 모의된 제지에서, 이 짧게 절단된 2성분 섬유는 정제(refining) 조작에 첨가된다. 설포폴리에스터 "바다"는 진탕되는 수성 슬러리 중에서 제거되고, 극세사 PET 섬유는, 이로써, 혼합물로 방출된다. 필적하는 중량에서, 극세사 PET 섬유("섬")는 굵은 PET 섬유의 첨가보다 종이 인장 강도를 증가시키는 데 더 효과적이다.

[0407] 비교예 8

[0408] 바다 구조 내에 108개의 섬을 갖는 2성분 섬유를 미국 플로리다주 멜본 소재의 힐즈 인코포레이티드(Hills Inc.)에서 제조한 다이 플레이트에 전체 2222개 다이 홀을 갖는 24" 폭 2성분 방사구 다이를 사용하여 스펠본드 라인 상에서 제조했다. 2개의 압출기는 용융물 펌프에 연결되어 있었고, 상기 용융물 펌프는 차례로 섬유 방사 다이 내의 양 성분을 위한 유입구에 연결되어 있었다. 1차 압출기(A)를 이스트먼 F61HC PET 폴리에스터의 유동

을 계량하는 유입구에 연결하여 해도 섬유 단면 구조에서 섬 도메인을 형성했다. 압출 대역은 다이로 들어오는 PET를 285℃의 온도에서 용융시키도록 설정되었다. 2차 압출기(B)는 미국 테네시주 킹스포트 소재의 이스트맨 케미칼 캄파니(Eastman Chemical Company)에서 제조된, 약 0.35의 고유 점도 및 레오메트릭 다이내믹 애널리저(Rheometric Dynamic Analyzer) RDAII (미국 뉴저지주 피스카터웨이 소재의 레오메트릭스 인코포레이티드(Rheometrics Inc.) 제조) 유동계로 240℃ 및 1rad/sec 전단 속도에서 측정된 약 15,000포아즈 및 240℃ 및 100rad/sec 전단 속도에서 측정된 9,700포아즈의 용융 점도를 갖는 이스트맨 AQ 55S 설포폴리에스터 중합체를 처리했다. 용융 점도 측정을 실시하기 전에, 샘플을 진공 오븐에서 60℃에서 2일 동안 건조시켰다. 점도 시험을 25 mm 직경 평행-플레이트 기하구조를 사용하여 1mm 갭 세팅에서 수행했다. 동적 진동수 스위치를 1 내지 400rad/sec의 변형 속도 범위 및 10% 변형 진폭에서 실시했다. 이후, 점도를 240℃ 및 1rad/sec의 변형 속도에서 측정했다. 이 절차는 후속 실시예에서 사용된 설포폴리에스터 물질의 점도를 측정하는 데에서도 따랐다. 2차 압출기는 AQ 55S 중합체를 255℃의 용융 온도에서 용융시키고 방사구 다이로 공급하도록 설정되었다. 상기 두 중합체들을 0.6g/홀/min의 스루풋 속도로 압출에 의해 2성분 압출물로 형성했다. 2성분 압출물 중의 PET 대 AQ 55S의 체적비는 60/40 및 70/30 비율을 얻도록 조정되었다.

[0409] 2성분 압출물을 용융 연신하여 2성분 섬유를 제조하는 데에 흡인기 장치를 사용했다. 흡인기 챔버를 통한 공기의 유동은 생성된 섬유를 아래로 끌어당겼다. 흡인기 조립품을 통한 공기의 하향 유동량은 흡인기로 들어가는 공기의 압력에 의해 제어되었다. 본 실시예에서, 2성분 압출물을 용융 연신하기 위해 흡인기에서 사용되는 최대 압력은 25psi였다. 이러한 값보다 크면, 흡인기를 통한 공기 유동이 상기 용융 연신 방사 공정 동안 압출물의 파단을 초래하는데, 2성분 압출물에 부과되는 용융 연신 속도가 2성분 압출물의 고유 연신보다 크기 때문이다. 2성분 섬유를 95g/m²(gsm)의 직물 무게를 갖는 부직 웹으로 짚다(lay down). 광학 현미경에 의한 이 부직 웹 중의 2성분 섬유의 평가는 PET가 섬유 구조의 중심에 섬으로서 존재하지만, 2성분 섬유의 외부 가장자리 주위의 PET 섬유는 거의 유착되어 섬유의 둘레 주위로 PET 중합체의 거의 연속적인 고리를 형성한다는 것을 보여주었으며, 이는 바람직하지 않다. 현미경으로, 부직 웹 중의 2성분 섬유의 직경은 일반적으로 15 내지 19μm이라는 것을 알았으며, 이는 약 2.5dpf의 평균 섬유 방사 데니어에 상응한다. 이것은 약 2160m/분의 용융 연신 섬유 속도를 나타낸다. 방적직후 데니어는 용융 압출 및 용융 연신 단계에 의해 수득된 섬유의 데니어(섬유의 9000m 길이의 그램 중량)로 정의된다. 2성분 섬유 직경의 변동은 섬유의 방사-연신의 비균일성을 시사했다.

[0410] 부직 웹 샘플을 강제-공기(forced-air) 오븐에서 5분 동안 120℃에서 조건화했다. 열 처리된 웹은 부직 웹의 면적이 가열 전의 웹의 초기 면적의 단지 약 12%로 감소하여 상당한 수축률을 나타냈다. 이론에 얽매이지 않는 것은 아니지만, 섬유에 사용된 AQ 55S 설포폴리에스터의 높은 분자량 및 용융 점도로 인해, 2성분 압출물은 섬유 중의 PET 단편의 변형-유도된(strain-induced) 결정화를 유발하는 데 필요한 정도로 용융 연신될 수 없다. 전체적으로, 이러한 특정 고유 점도 및 용융 점도를 갖는 AQ 55S 설포폴리에스터는, 2성분 압출물이 목적하는 미세한 데니어로 균일하게 용융 연신될 수 없기 때문에 허용될 수 없다.

[0411] 실시예 8

[0412] 상업적인 이스트맨 AQ55S 중합체와 동일한 화학 조성을 갖는 설포폴리에스터 중합체를 제조하였으나, 분자량은 약 0.25의 고유 점도로 특징지어지는 더 낮은 값으로 조절되었다. 이 중합체의 용융 점도는 240℃ 및 1rad/sec 전단 속도에서 측정된 3300포아즈였다.

[0413] 실시예 9

[0414] 16-조각의 조각난 파이 구조를 갖는 2성분 압출물을 스펀본드 장비 상에서 미국 플로리다주 멜본 소재의 힐즈 인코포레이티드에서 제조된 24인치 폭 다이 플레이트 중에 전체 2222개의 다이 홀을 갖는 2성분 방사구 다이를 사용하여 제조했다. 2개의 중합체를 용융시켜 이 방사구 다이로 공급하기 위해 2개의 압출기를 사용했다. 1차 압출기(A)를 이스트맨 F61HC PET 폴리에스터 용융물을 공급하는 유입구에 연결하여 조각난 파이 단면 구조 중의 도메인 또는 단편 조각을 형성했다. 압출 대역은 방사구 다이에 들어가는 PET를 285℃의 온도에서 용융시키도록 설정되었다. 2차 압출기(B)는 실시예 8의 설포폴리에스터 중합체를 용융시키고 공급했다. 2차 압출기는 설포폴리에스터 중합체를 255℃의 용융 온도에서 방사구 다이로 압출하도록 설정되었다. 사용되는 방사구 다이 및 설포폴리에스터 중합체의 용융 점도를 제외하고는, 본 실시예에 채용된 절차는 비교예 8과 동일했다. 홀당 용융물 스루풋은 0.6gm/min이었다. 2성분 압출물 중의 PET 대 설포폴리에스터의 체적비는 70/30으로 설정되었으며 이는 약 70/30의 중량비를 나타낸다.

[0415] 2성분 압출물을 비교예 8에서 사용된 것과 동일한 흡인기를 사용하여 용융 연신하여 2성분 섬유를 제조했다. 초기에, 흡인기로의 유입 공기를 25psi로 설정했고, 섬유는 약 2.0의 방사 데니어를 가졌고 2성분 섬유는 약 14

내지 15 μ m의 균일한 직경 프로필을 나타냈다. 흡인기로의 공기는 용융 연신 동안 용융 압출물을 파단시키지 않고 45psi의 최대 허용가능 압력으로 증가되었다. 45psi 공기를 사용하면, 2성분 압출물이 약 1.2의 방사 테니어를 갖는 섬유로 용융 연신되었으며, 2성분 섬유는 현미경으로 보았을 때 11 내지 12 μ m의 직경을 나타냈다. 용융 연신 공정 동안의 속도는 약 4500m/min으로 측정되었다. 이론에 얽매이고자 하는 것은 아니지만, 이 속도에 접근하는 용융 연신 속도에서, 용융 연신 공정 동안 PET의 변형 유도된 결정화가 일어나기 시작하는 것으로 생각된다. 위에서 적은 바와 같이, 후속 가공 동안 부직 웹이 더욱 치수적으로 안정적이도록 섬유 용융 연신 공정 동안 PET 섬유 단면에 일부 배향된 결정성을 형성하는 것이 바람직하다.

[0416] 45psi 흡인기 공기 압력을 사용하여 2성분 섬유를 140g/m²(gsm)의 중량을 갖는 부직 웹으로 짰다. 부직 웹의 수축률은 물질을 강제-공기 오븐에서 5분 동안 120 $^{\circ}$ C에서 조건화함으로써 측정했다. 본 실시예는 비교예 8의 섬유 및 직물에 비해 상당한 수축률 감소를 나타낸다.

[0417] 140gsm 직물 무게를 갖는 이 부직 웹을 다양한 온도에서 정적 탈이온수조에 침지했다. 침지된 부직 웹을 건조시키고, 다양한 온도에서 탈이온수에 침지로 인한 중량 손실 백분율을 하기 표 4에 나타낸 바와 같이 측정했다.

표 4

[0418] 침지 온도	25 $^{\circ}$ C	33 $^{\circ}$ C	40 $^{\circ}$ C	72 $^{\circ}$ C
부직 웹 중량 손실(%)	3.3	21.7	31.4	31.7

[0419] 설포폴리에스터는 약 25 $^{\circ}$ C의 온도에서 탈이온수에 매우 쉽게 해체되었다. 부직 웹 중의 2성분 섬유로부터의 설포폴리에스터의 제거는 % 중량 손실로 지시된다. 2성분 섬유로부터의 설포폴리에스터의 광범위한 또는 완전한 제거는 33 $^{\circ}$ C 이상의 온도에서 관찰되었다. 고수압직조가 실시예 8의 본 발명의 설포폴리에스터 중합체를 포함하는 상기 2성분 섬유의 부직 웹을 제조하는 데 사용되는 경우, 수온이 주위 온도보다 높다면 고수압직조 워터 제트에 의해 설포폴리에스터 중합체가 광범위하게 또는 완전히 제거될 것으로 예상된다. 고수압직조 단계 동안 상기 2성분 섬유로부터 매우 적은 설포폴리에스터 중합체가 제거되는 것이 바람직할 경우, 약 25 $^{\circ}$ C 미만의 낮은 수온이 이용되어야 한다.

[0420] 실시예 10

[0421] 하기 이산 및 다이올 조성물을 사용하여 설포폴리에스터 중합체를 제조했다: 이산 조성물(71몰% 테레프탈산, 20몰% 아이소프탈산, 및 9몰% 5-(소디오셀포) 아이소프탈산) 및 다이올 조성물(60몰% 에틸렌 글리콜 및 40몰% 다이에틸렌 글리콜). 진공하에 고온 폴리에스터화에 의해 설포폴리에스터를 제조했다. 약 0.31의 고유 점도를 갖는 설포폴리에스터를 제조하기 위해 에스터화 조건을 제어했다. 이 설포폴리에스터의 용융 점도는 240 $^{\circ}$ C 및 1rad/sec 전단율에서 약 3000 내지 4000포아즈의 범위에 있는 것으로 측정되었다.

[0422] 실시예 11

[0423] 실시예 10의 설포폴리에스터 중합체를 실시예 9에 기재된 동일한 절차에 따라 2성분 조각난 파이 섬유 및 부직 웹으로 방사했다. 1차 압출기(A)는 이스트맨 F61HC PET 폴리에스터 용융물을 공급하여 조각난 파이 구조에서 더 큰 단편 조각을 형성했다. 압출 대역은 방사구 다이에 들어가는 PET를 285 $^{\circ}$ C의 온도에서 용융시키도록 설정되었다. 2차 압출기(B)는 255 $^{\circ}$ C의 용융 온도에서 방사구 다이 내로 공급된 실시예 10의 설포폴리에스터 중합체를 처리했다. 홀당 용융물 스루풋 속도는 0.6gm/min이었다. 2성분 압출물 중의 PET 대 설포폴리에스터의 체적비를 70/30으로 설정했고 이는 약 70/30의 중량비를 나타낸다. 2성분 압출물의 단면은 PET의 췌기형 도메인을 가졌으며 설포폴리에스터 중합체가 이 도메인을 분리하였다.

[0424] 2성분 압출물을 비교예 8에서 사용된 동일한 흡인기 조립품을 사용하여 용융 연신하여 2성분 섬유를 제조했다. 연신 동안 2성분 섬유를 파단시키지 않는 흡인기로의 공기의 최대 허용가능 압력은 45psi였다. 45psi 공기를 사용하여, 2성분 압출물을 약 1.2의 방사 테니어를 갖는 2성분 섬유로 용융 연신하였으며, 상기 2성분 섬유는 현미경으로 보았을 때 약 11 내지 12 μ m의 직경을 나타냈다. 용융 연신 공정 동안의 속도는 약 4500m/min으로 계산되었다.

[0425] 2성분 섬유를 140gsm 및 110gsm의 중량을 갖는 부직 웹으로 짰다. 웹의 수축률을 강제-공기 오븐에서 5분 동안 120 $^{\circ}$ C에서 물질을 조건화함으로써 측정했다. 수축 후의 부직 웹의 면적은 웹의 시작 면적의 약 29%였다.

[0426] 용융 연신된 섬유 및 부직 웹으로부터 취한 섬유의 단면을 현미경으로 검사한 결과 개별적인 단편이 명확하게

구별되고 유사한 크기 및 형태를 나타내는 매우 양호한 조각난 파이 구조를 보였다. PET 단편은 서로 완전히 분리되어 2성분 섬유로부터 설포폴리에스터를 제거한 후에 파이 조각 형상을 갖는 8개의 분리된 PET 단성분 섬유를 형성하였다.

[0427] 110gsm 직물 무게를 갖는 부직 웹을 정적 탈이온수조에 다양한 온도에서 8분 동안 침지했다. 침지된 부직 웹을 건조시키고 다양한 온도에서 탈이온수에 침지함으로써 인한 % 중량 손실을 하기 표 5에 나타낸 바와 같이 측정했다.

표 5

침지 온도	36℃	41℃	46℃	51℃	56℃	72℃
부직 웹 중량 손실(%)	1.1	2.2	14.4	25.9	28.5	30.5

[0428] 설포폴리에스터 중합체는 약 46℃보다 높은 온도에서 탈이온수에 매우 쉽게 해체되었으며, 섬유로부터의 설포폴리에스터 중합체의 제거는 중량 손실에서 나타나는 바와 같이 51℃보다 높은 온도에서 매우 광범위하거나 완전했다. 약 30%의 중량 손실은 부직 웹 중의 2성분 섬유로부터의 설포폴리에스터의 완전한 제거를 나타냈다. 이 설포폴리에스터를 포함하는 2성분 섬유의 이 부직 웹을 처리하는 데 고수압직조가 사용될 경우, 중합체는 수온 40℃ 미만의 고수압직조 워터 제트에 의해서는 광범위하게 제거되지 않을 것으로 기대된다.

[0430] 실시예 12

[0431] 140gsm 및 110gsm의 평량을 갖는 실시예 11의 부직 웹을 독일 에겔스마흐 소재의 플라이스너 게엠베하(Fleissner, GmbH)에 의해 제조된 고수압직조 장치를 사용하여 고수압직조했다. 상기 기계는 5개의 전체 고수압직조 스테이션을 가졌고 3개 세트의 제트가 부직 웹의 상부측과 접촉하고 2세트의 제트가 부직 웹의 반대측과 접촉했다. 워터 제트는 2피트 폭 제트 스트립에 기계가공된 약 100 μ m 직경의 일련의 미세 구멍으로 이루어졌다. 제트로의 수압은 60bar(제트 스트립 1번), 190bar(제트 스트립 2번 및 3번), 및 230bar(제트 스트립 4번 및 5번)로 설정했다. 고수압직조 공정 동안, 제트로의 물의 온도는 약 40 내지 45℃의 범위인 것으로 밝혀졌다. 고수압직조 단위를 빠져나가는 부직포는 서로 강하게 구속되어 있었다. 연속적인 섬유를 함께 매듭지어 양 방향으로 신장했을 때 인열에 대한 강한 내성을 갖는 고수압직조된 부직포를 제조하였다.

[0432] 다음으로, 고수압직조된 부직포를 가장자리 주위에 일련의 핀을 갖는 강직한 직사각형 프레임을 포함하는 텐터 프레임에 고정시켰다. 직물을 핀에 고정시켜 가열될 때 직물이 수축되는 것을 억제했다. 직물 샘플을 갖는 프레임을 강제-공기 오븐 내에 3분 동안 130℃에서 위치시켜 직물이 구속되어 있는 동안 열 고정되게 했다. 열 고정 후, 조건화된 직물을 측정된 크기의 샘플 시편으로 절단하고, 시편을 텐터 프레임에 의한 구속 없이 130℃에서 조건화시켰다. 이 조건화 후의 고수압직조된 부직포의 치수를 측정할 때 최소 수축률(0.5% 미만의 치수 감소)만이 관찰되었다. 고수압직조된 부직포의 열 고정이 치수 안정한 부직포를 제조하기에 충분하다는 것이 명백하였다.

[0433] 상기한 바와 같이 열 고정한 후의 고수압직조된 부직포를 90℃ 탈이온수로 세척하여 설포폴리에스터 중합체를 제거하고 고수압직조된 직물 내에 PET 단성분 섬유 단편을 남겼다. 반복 세척 후에, 건조된 직물은 약 26%의 중량 손실을 나타냈다. 고수압직조 전의 부직 웹의 세척은 31.3%의 중량 손실을 나타냈다. 따라서, 고수압직조 공정은 부직 웹으로부터 설포폴리에스터의 일부를 제거하였으나, 그 양은 비교적 적었다. 고수압직조 동안 제거되는 설포폴리에스터의 양을 줄이기 위해, 고수압직조 제트의 수온은 40℃ 미만으로 낮추어져야 한다.

[0434] 실시예 10의 설포폴리에스터는 비-수분산성 중합체 단편이 설포폴리에스터 중합체의 제거 후에 유사한 크기 및 형태의 개별적인 섬유를 형성하는 양호한 단편 분포를 갖는 조각난 파이 섬유를 제공하는 것으로 밝혀졌다. 설포폴리에스터의 유동학은 2성분 압출물이 고속으로 용융 연신되어 약 1.0 이하의 방사 데니어를 갖는 미세 섬유 2성분 섬유를 달성하도록 하는 데 적합했다. 상기 2성분 섬유는 설포폴리에스터 중합체의 상당한 손실을 경험하지 않고 고수압직조되어 부직포를 제조할 수 있는 부직 웹으로 짜여질 수 있다. 부직 웹을 고수압직조함으로써 제조된 부직포는 높은 강도를 나타냈고 약 120℃ 이상의 온도에서 열 고정되어 우수한 치수 안정성을 갖는 부직포를 제조할 수 있었다. 설포폴리에스터 중합체는 세척 단계에서 고수압직조된 부직포로부터 제거되었다. 이로써 더 가벼운 직물 무게 및 더 큰 가요성을 갖고 손에 부드러운 강한 부직포가 제조되었다. 이 부직 물품 중의 단성분 PET 섬유는 썩기형이고 약 0.1의 평균 데니어를 나타냈다.

- [0435] 실시예 13
- [0436] 설포폴리에스터 중합체를 하기 이산 및 다이올 조성물로부터 제조했다: 이산 조성물(69몰% 테레프탈산, 22.5몰% 아이소프탈산, 및 8.5몰% 5-(소디오설포)아이소프탈산) 및 다이올 조성물(65몰% 에틸렌 글리콜 및 35몰% 다이에틸렌 글리콜). 설포폴리에스터를 진공하에 고온 폴리에스터화에 의해 제조했다. 약 0.33의 고유 점도를 갖는 설포폴리에스터를 제조하기 위해 에스터화 조건을 제어했다. 이 설포폴리에스터의 용융 점도는 240°C 및 1rad/sec 전단 속도에서 약 3000 내지 4000포아즈의 범위에 있는 것으로 측정되었다.
- [0437] 실시예 14
- [0438] 실시예 13의 설포폴리에스터 중합체를 스펀본드 라인 상에서 16개 섬을 갖는 2성분 해도 단면 구조로 방사했다. 1차 압출기(A)는 이스트맨 F61HC PET 폴리에스터 용융물을 공급하여 해도 구조 중의 섬을 형성했다. 압출 대역은 약 290°C의 온도에서 방사구 다이에 들어가는 PET를 용융시키도록 설정되었다. 2차 압출기(B)는 약 260°C의 용융 온도에서 방사구 다이로 공급된 실시예 13의 설포폴리에스터 중합체를 처리했다. 2성분 압출물 중의 PET 대 설포폴리에스터의 체적비를 70/30로 설정했고 이는 약 70/30의 중량비를 나타냈다. 방사구를 통한 용융물 스루풋 속도는 0.6 g/홀/분이었다. 2성분 압출물의 단면은 PET의 원형 섬 도메인을 가졌고 설포폴리에스터 중합체가 상기 도메인을 분리하고 있었다.
- [0439] 2성분 압출물을 흡인기 조립품을 사용하여 용융 연신했다. 용융 연신 동안 2성분 섬유를 과단하지 않는 흡인기로의 공기의 최대 허용가능 압력은 50psi였다. 50psi 공기를 사용하여, 2성분 압출물을 약 1.4의 방사 테니어를 갖는 2성분 섬유로 용융 연신했으며 상기 2성분 섬유는 현미경으로 보았을 때 약 12 μ m의 직경을 나타냈다. 연신 공정 동안의 속도는 약 3900m/min으로 계산되었다.
- [0440] 실시예 15
- [0441] 실시예 13의 설포폴리에스터 중합체를 2성분 압출 라인을 사용하여 64개 섬 섬유를 갖는 2성분 해도 단면 섬유로 방사했다. 1차 압출기는 이스트맨 F61HC 폴리에스터 용융물을 공급하여 해도 섬유 단면 구조 중의 섬을 형성했다. 2차 압출기는 설포폴리에스터 중합체 용융물을 공급하여 해도 2성분 섬유 중의 바다를 형성했다. 폴리에스터의 고유 점도는 0.61dL/g이었고 건조 설포폴리에스터의 용융 점도는 진술한 용융 점도 측정 절차를 이용하여 240°C 및 1rad/sec 변형률로 측정 시 약 7000포아즈였다. 상기 해도 2성분 섬유는 198개 홀을 갖는 방사구 및 0.85gm/분/홀의 스루풋 속도를 이용하여 제조되었다. "섬" 폴리에스터와 "바다" 설포폴리에스터 사이의 중합체 비율은 65% 대 35%였다. 상기 2성분 섬유는 폴리에스터 성분에 대해서는 280°C의 압출 온도, 설포폴리에스터 성분에 대해서는 260°C의 압출 온도를 이용하여 방사했다. 2성분 섬유는 다수의 필라멘트(198개 필라멘트)를 함유하고 약 530 m/분의 속도로 용융 방사되어 약 14의 공칭 dpf를 갖는 필라멘트를 형성했다. 골스톤 테크놀러지즈(Goulston Technologies)로부터의 PT 769 마감재의 24중량% 마감재 용액을 키스 롤 도포기를 사용하여 2성분 섬유에 도포했다. 이후 2성분 섬유의 필라멘트를 각각 90°C 및 130°C로 가열된 2개의 고맷(godet) 롤의 세트를 사용하여 일렬로 연신하고, 약 1750m/분의 속도로 조작되는 최종 연신 롤로 연신하여, 약 3.3X의 필라멘트 연신비를 제공하여 약 4.5의 공칭 dpf 또는 약 25 μ m의 평균 직경을 갖는 연신된 해도 2성분 필라멘트를 형성했다. 상기 필라멘트는 약 2.5 μ m의 평균 직경을 갖는 폴리에스터 극세사 "섬"으로 이루어졌다.
- [0442] 실시예 16
- [0443] 실시예 15의 연신된 해도 2성분 섬유를 3.2mm 및 6.4mm 절단 길이의 짧은 길이 섬유로 절단하고, 이로써, 64개 섬의 해도 단면 구조를 갖는 짧은 길이 2성분 섬유를 제조했다. 상기 짧게 절단된 2성분 섬유는 폴리에스터의 "섬" 및 수분산성 설포폴리에스터 중합체의 "바다"로 이루어졌다. 섬 및 바다의 단면 분포는 이들 짧게 절단된 2성분 섬유의 길이를 따라 본질적으로 일관되었다.
- [0444] 실시예 17
- [0445] 실시예 15의 연신된 해도 2성분 섬유를 연수에 약 24시간 동안 침지한 후 3.2mm 및 6.4mm 절단 길이의 짧은 길이 섬유로 절단했다. 수분산성 설포폴리에스터를 짧은 길이 섬유로 절단하기 전에 적어도 부분적으로 유화시켰다. 따라서 바다 성분으로부터의 섬의 부분적인 분리가 이루어지고, 이로써, 부분적으로 유화된 짧은 길이 해도 2성분 섬유가 제조되었다.
- [0446] 실시예 18
- [0447] 실시예 16의 짧은 절단 길이 해도 2성분 섬유를 80°C에서 연수를 사용하여 세척하여 수분산성 설포폴리에스터 "바다" 성분을 제거하고, 이로써, 2성분 섬유의 "섬" 성분이었던 폴리에스터 극세사를 방출시켰다. 세척된 폴

리에스터 극세사를 25℃에서 연수를 사용하여 행구어 대부분의 "바다" 성분을 본질적으로 제거했다. 세척된 폴리에스터 극세사를 광학 현미경으로 관찰한 바 약 2.5 μ m의 평균 직경 및 3.2 및 6.4mm의 길이를 나타냈다.

[0448] 실시예 19

[0449] 실시예 17의 짧은 절단 길이 부분 유화된 해도 2성분 섬유를 80℃에서 연수를 사용하여 세척하여 수분산성 설포 폴리에스터 "바다" 성분을 제거하고, 이로써, 섬유의 "섬" 성분이었던 폴리에스터 극세사를 방출시켰다. 세척된 폴리에스터 극세사를 25℃에서 연수를 사용하여 행구어 대부분의 "바다" 성분을 본질적으로 제거했다. 세척된 폴리에스터 극세사를 광학 현미경으로 관찰한 바, 2.5 μ m의 평균 직경 및 3.2 및 6.4mm의 길이의 폴리에스터 극세사가 보였다.

[0450] 비교예 20

[0451] 습식 핸드 시트를 하기 절차를 이용하여 제조했다. 7.5gm의 미국 테네시주 멤피스 소재의 인터내셔널 페이퍼(International Paper)에서 제조된 알바셀 서던 블리치드 소프트우드 크래프트(Albacel Southern Bleached Softwood Kraft; SBSK) 및 188gm의 실온수를 1000ml 펄프제조기에 배치하고 30초 동안 7000rpm에서 펄프화하여 펄프화된 혼합물을 제조했다. 이 펄프화된 혼합물을 7312gm의 실온수와 함께 8리터 금속 비커에 옮겨 약 0.1% 농도(consistency)(7500gm 물 및 7.5gm 섬유상 물질)를 만들어 펄프 슬러리를 제조했다. 이 펄프 슬러리를 고속 임펠러 믹서를 사용하여 60초 동안 진탕시켰다. 이 펄프 슬러리로부터 핸드 시트를 제조하는 절차는 다음과 같다. 펄프 슬러리를 계속 교반하면서 25 cm x 30 cm 핸드 시트 몰드에 부었다. 액적 밸브를 당기고, 펄프 섬유를 스크린 상에 흘러나가게 하여 핸드 시트를 형성했다. 750g/m²(gsm)의 블로터 종이를 형성된 핸드 시트의 상부에 놓고, 블로터 종이를 핸드 시트 상으로 평평하게 했다. 스크린 프레임을 올리고 투명 이형지 상에 뒤집어 10분 동안 올려놨다. 스크린을 형성된 핸드 시트로부터 수직으로 들어올렸다. 2장의 750gsm 블로터 종이를 형성된 핸드 시트의 상부에 배치했다. 핸드 시트를 3장의 블로터 종이와 함께 노우드 드라이어(Norwood Dryer)를 사용하여 약 88℃에서 15분 동안 건조시켰다. 한 장의 블로터 종이를 제거하여 한 장의 블로터 종이와 핸드 시트의 각 면에 남게 했다. 핸드 시트를 윌리엄스 드라이어(Williams Dryer)를 사용하여 65℃에서 15분 동안 건조시켰다. 이후 핸드 시트를 또한 12 내지 24시간 동안 40kg 드라이 프레스를 사용하여 건조시켰다. 블로터 종이를 제거하여 건조 핸드 시트 샘플을 수득했다. 핸드 시트를 시험을 위해 21.6cm×27.9cm 치수로 다듬었다.

[0452] 비교예 21

[0453] 습식 핸드 시트를 하기 절차를 이용하여 제조했다. 7.5gm의 미국 테네시주 멤피스 소재의 인터내셔널 페이퍼에서 제조된 알바셀 서던 블리치드 소프트우드 크래프트(SBSK), 0.3gm의 네덜란드 폭스홀 소재의 아베베(Avebe)에서 제조된 예비-젤라틴화된 4급 양이온성 감자 전분인 솔비토스(Solvitose) N, 및 188gm의 실온수를 1000ml 펄프제조기에 배치하고 30초 동안 7000rpm에서 펄프화하여 펄프화된 혼합물을 제조했다. 이 펄프화된 혼합물을 7312gm의 실온수와 함께 8리터 금속 비커에 옮겨 약 0.1% 농도(7500gm 물 및 7.5gm 섬유상 물질)를 만들어 펄프 슬러리를 제조했다. 이 펄프 슬러리를 고속 임펠러 믹서를 사용하여 60초 동안 진탕시켰다. 이 펄프 슬러리로부터 핸드 시트를 제조하는 나머지 절차는 실시예 20에서와 같다.

[0454] 실시예 22

[0455] 습식 핸드 시트를 하기 절차를 이용하여 제조했다. 6.0gm의 미국 테네시주 멤피스 소재의 인터내셔널 페이퍼에서 제조된 알바셀 서던 블리치드 소프트우드 크래프트(SBSK), 0.3gm의 네덜란드 폭스홀 소재의 아베베에서 제조된 예비-젤라틴화된 4급 양이온성 감자 전분인 솔비토스 N, 1.5gm의 실시예 16의 3.2mm 절단 길이 해도 섬유, 및 188gm의 실온수를 1000ml 펄프제조기에 배치하고 30초 동안 7000rpm에서 펄프화하여 섬유 혼합물 슬러리를 제조했다. 이 섬유 혼합물 슬러리를 82℃로 10초 동안 가열하여 유화시키고 해도 섬유 중의 수분산성 설포폴리에스터 성분을 제거하여 폴리에스터 극세사를 방출시켰다. 이후 섬유 혼합물 슬러리를 변형시켜 설포폴리에스터, 및 펄프 섬유 및 폴리에스터 극세사를 포함하는 극세사-함유 혼합물을 포함하는 설포폴리에스터 분산액을 제조했다. 극세사-함유 혼합물을 또한 500gm의 실온수로 행구어 극세사-함유 혼합물로부터 수분산성 설포폴리에스터를 또한 제거했다. 이 극세사-함유 혼합물을 7312gm의 실온수와 함께 8리터 금속 비커로 옮겨 약 0.1% 농도(7500gm 물 및 7.5gm 섬유상 물질)를 만들어 극세사-함유 슬러리를 제조했다. 이 극세사-함유 슬러리를 고속 임펠러 믹서를 사용하여 60초 동안 진탕시켰다. 이 극세사-함유 슬러리로부터 핸드 시트를 제조하는 나머지 절차는 실시예 20에서와 같다.

- [0456] 비교예 23
- [0457] 습식 핸드 시트를 하기 절차를 이용하여 제조했다. 7.5gm의 미국 콜로라도주 덴버 소재의 존스 맨빌(Johns Manville)에서 입수가 가능한 마이크로스트랜드(MicroStrand) 475-106 미소 유리 섬유, 0.3gm의 네덜란드 폭스홀 소재의 아베베에서 제조된 예비-젤라틴화된 4급 양이온성 감자 전분인 솔비토스 N, 및 188gm의 실온수를 1000ml 펄프제조기에 배치하고 30초 동안 7000rpm에서 펄프화하여 유리 섬유 혼합물을 제조했다. 이 유리 섬유 혼합물을 7312gm의 실온수와 함께 8리터 금속 비커에 옮겨 약 0.1% 농도(7500gm 물 및 7.5gm 섬유상 물질)를 만들어 유리 섬유 슬러리를 제조했다. 이 유리 섬유 슬러리를 고속 임펠러 믹서를 사용하여 60초 동안 진탕시켰다. 이 유리 섬유 슬러리로부터 핸드 시트를 제조하는 나머지 절차는 실시예 20에서와 같다.
- [0458] 실시예 24
- [0459] 습식 핸드 시트를 하기 절차를 이용하여 제조했다. 3.8gm의 미국 콜로라도주 덴버 소재의 존스 맨빌에서 입수가 가능한 마이크로스트랜드(MicroStrand) 475-106 미소 유리 섬유, 3.8gm의 실시예 16의 3.2mm 절단 길이 해도 섬유, 0.3gm의 네덜란드 폭스홀 소재의 아베베에서 제조된 예비-젤라틴화된 4급 양이온성 감자 전분인 솔비토스 N, 및 188gm의 실온수를 1000ml 펄프제조기에 배치하고 30초 동안 7000rpm에서 펄프화하여 섬유 혼합물 슬러리를 제조했다. 이 섬유 혼합물 슬러리를 82℃로 10초 동안 가열하여 유화시키고 해도 2성분 섬유 중의 수분산성 설포폴리에스터 성분을 제거하여 폴리에스터 극세사를 방출시켰다. 이후 섬유 혼합물 슬러리를 변형시켜 설포폴리에스터, 및 유리 극세사 및 폴리에스터 극세사를 포함하는 극세사-함유 혼합물을 포함하는 설포폴리에스터 분산액을 제조했다. 극세사-함유 혼합물을 또한 500gm의 실온수를 사용하여 행구어 극세사-함유 혼합물로부터 설포폴리에스터를 또한 제거했다. 이 극세사-함유 혼합물을 7312gm의 실온수와 함께 8리터 금속 비커에 옮겨 약 0.1% 농도(7500gm 물 및 7.5gm 섬유상 물질)를 만들어 극세사-함유 슬러리를 제조했다. 이 극세사-함유 슬러리를 고속 임펠러 믹서를 사용하여 60초 동안 진탕시켰다. 이 극세사-함유 슬러리로부터 핸드 시트를 제조하는 나머지 절차는 실시예 20에서와 같다.
- [0460] 실시예 25
- [0461] 습식 핸드 시트를 하기 절차를 이용하여 제조했다. 7.5gm의 실시예 16의 3.2mm 절단 길이 해도 섬유, 0.3gm의 네덜란드 폭스홀 소재의 아베베에서 제조된 예비-젤라틴화된 4급 양이온성 감자 전분인 솔비토스 N, 및 188gm의 실온수를 1000ml 펄프제조기에 배치하고 30초 동안 7000rpm에서 펄프화하여 섬유 혼합물 슬러리를 제조했다. 이 섬유 혼합물 슬러리를 82℃로 10초 동안 가열하여 유화시키고 해도 섬유 중의 수분산성 설포폴리에스터 성분을 제거하여 폴리에스터 극세사를 방출시켰다. 이후 섬유 혼합물 슬러리를 변형시켜 설포폴리에스터 분산액 및 폴리에스터 극세사를 제조했다. 설포폴리에스터 분산액은 수분산성 설포폴리에스터로 이루어졌다. 폴리에스터 극세사를 500gm의 실온수를 사용하여 행구어 폴리에스터 극세사로부터 설포폴리에스터를 또한 제거했다. 상기 폴리에스터 극세사를 7312gm의 실온수와 함께 8리터 금속 비커로 옮겨 약 0.1% 농도(7500gm 물 및 7.5gm 섬유상 물질)로 만들어 극세사 슬러리를 제조했다. 이 극세사 슬러리를 고속 임펠러 믹서를 사용하여 60초 동안 진탕시켰다. 이 극세사 슬러리로부터 핸드 시트를 제조하는 나머지 절차는 실시예 20에서와 같다.
- [0462] 실시예 20 내지 25의 핸드 시트 샘플을 시험하였으며, 특성들을 하기 표 6에 제공한다.

표 6

실시에 번호	조성	평량 (gsm)	핸드 시트 두께(mm)	밀도 (gm/cc)	다공도 그라이너 (Greiner) (초/100cc)	인장 강도 (kg/15mm)	파단 신율 (%)	장력× 신율
20	100% SBSK	94	0.45	0.22	4	1.0	7	7
21	SBSK+4% 전분	113	0.44	0.22	4	1.5	7	11
22	80% SBSK+전분+20% 실시에 19의 3.2mm 폴리에스터 극세사	116	0.30	0.33	4	2.2	9	20
23	100% 유리 마이코로스트렌드 475-106+전분	103	0.68	0.15	4	0.2	15	3
24	50% 유리 마이코로스트렌드 475-106+50% 실시에 19의 3.2mm 폴리에스터 극세사+전분	104	0.45	0.22	4	1.4	7	10
25	100% 실시에 19의 3.2mm 폴리에스터 극세사	80	0.38	0.26	4	3.0	15	44

[0463]

[0464]

핸드 시트 평량은 핸드 시트를 칭량하고 제곱미터당 그램 중량(gsm)으로 계산하여 결정된다. 핸드 시트 두께는 오노 속키(Ono Sokki) EG-233 두께 게이지를 사용하여 측정하고 mm 두께로 보고했다. 밀도는 입방 cm당 그램 중량으로서 계산했다. 다공도는 1.9x1.9cm 사각형 개구 헤드 및 100cc 용량을 갖는 그라이너(Greiner) 다공도 마노미터를 사용하여 측정했다. 다공도는 100cc의 물이 샘플을 통과하는 데 걸리는 평균 시간(4회 반복)을 초 단위로 보고했다. 인장 특성은 6개의 30mm×105mm 시험용 스트립에 대해 인스트론 모델(Instron Model) TM을 사용하여 측정했다. 6개 측정의 평균을 각 실시에에 대하여 보고했다. 상기 시험 데이터로부터 본 발명의 폴리에스터 극세사를 첨가함으로써 습식 섬유상 구조의 인장 특성에 상당한 향상이 얻어짐을 관찰할 수 있다.

[0465]

실시에 26

[0466]

실시에 13의 설포폴리에스터 중합체를 2성분 압출 라인을 사용하여 37개 섬 섬유를 갖는 2성분 해도 단면 섬유

로 방사했다. 1차 압출기는 이스트맨 F61HC 폴리에스터를 공급하여 해도 단면 구조 중의 "섬"을 형성했다. 2차 압출기는 수분산성 설포폴리에스터 중합체를 공급하여 해도 2성분 섬유 중의 "바다"를 형성했다. 폴리에스터의 고유 점도는 0.61dL/g이었으며, 건조 설포폴리에스터의 용융 점도는 전기한 용융 점도 측정 절차를 이용하여 240℃ 및 1rad/sec 변형률로 측정 시 약 7000포아즈였다. 이 해도 2성분 섬유를 72개 홀을 갖는 방사구 및 1.15gm/분/홀의 스루풋 속도를 사용하여 제조했다. "섬" 폴리에스터와 "바다" 설포폴리에스터 사이의 중합체 비율은 2 대 1이었다. 이 2성분 섬유를 폴리에스터 성분에 대해서는 280℃의 압출 온도 및 수분산성 설포폴리에스터 성분에 대해서는 255℃의 압출 온도를 이용하여 방사했다. 이 2성분 섬유는 다수의 필라멘트(198개 필라멘트)를 함유했고 약 530 m/분의 속도로 용융 방사되어 19.5의 공칭 dpf를 갖는 필라멘트를 형성했다. 골스틴 테크놀로지로부터의 PT 769 마감재의 24중량% 마감재 용액을 키스 롤 도포기를 사용하여 2성분 섬유에 도포했다. 이후 2성분 섬유의 필라멘트를 각각 95℃ 및 130℃로 가열된 2개의 고깃 롤의 세트를 사용하여 한 줄로 연신하고, 약 1750 m/분의 속도로 조작되는 최종 연신 롤로 연신하여, 약 3.3X의 필라멘트 연신비를 제공하여 약 5.9의 공칭 dpf 또는 약 29 μ m의 평균 직경을 갖는 연신된 해도 2성분 필라멘트를 형성했다. 상기 필라멘트는 약 3.9 μ m의 평균 직경을 갖는 폴리에스터 극세사 "섬"으로 이루어졌다.

[0467] 실시예 27

[0468] 실시예 26의 연신된 해도 2성분 섬유를 3.2mm 및 6.4mm 절단 길이의 짧은 길이 2성분 섬유로 절단하고, 이로써, 37개 섬의 해도 단면 구조를 갖는 짧은 길이 섬유를 제조했다. 상기 섬유는 폴리에스터의 "섬" 및 수분산성 설포폴리에스터 중합체의 "바다"로 이루어졌다. "섬" 및 "바다"의 단면 분포는 상기 2성분 섬유의 길이를 따라 본질적으로 일관되었다.

[0469] 실시예 28

[0470] 실시예 27의 짧은 절단 길이 해도 섬유를 80℃에서 연수를 사용하여 세척하여 수분산성 설포폴리에스터 "바다" 성분을 제거하고, 이로써, 2성분 섬유의 "섬" 성분이었던 폴리에스터 극세사를 방출했다. 세척된 폴리에스터 극세사를 25℃에서 연수를 사용하여 행구어 대부분의 "바다" 성분을 본질적으로 제거했다. 세척된 폴리에스터 극세사를 광학 현미경으로 관찰한 바, 약 3.9 μ m의 평균 직경 및 3.2 및 6.4mm의 길이를 가졌다.

[0471] 실시예 29

[0472] 실시예 13의 설포폴리에스터 중합체를 2성분 압출 라인을 이용하여 37개 섬 섬유를 갖는 2성분 해도 단면 섬유로 방사했다. 1차 압출기는 폴리에스터를 공급하여 해도 섬유 단면 구조 중의 "섬"을 형성했다. 2차 압출기는 수분산성 설포폴리에스터 중합체를 공급하여 해도 2성분 섬유 중의 "바다"를 형성했다. 폴리에스터의 고유 점도는 0.52dL/g이었고, 건조 수분산성 설포폴리에스터의 용융 점도는 전기한 용융 점도 측정 절차를 이용하여 240℃ 및 1rad/sec 변형률로 측정 시 약 3500포아즈였다. 상기 해도 2성분 섬유는 각각 175개 홀을 갖는 2개의 방사구 및 1.0gm/분/홀의 스루풋 속도를 사용하여 제조되었다. "섬" 폴리에스터와 "바다" 설포폴리에스터 사이의 중합체 비율은 70% 대 30%이었다. 이 2성분 섬유를 폴리에스터 성분에 대해서는 280℃의 압출 온도 및 설포폴리에스터 성분에 대해서는 255℃의 압출 온도를 이용하여 방사했다. 이 2성분 섬유는 다수의 필라멘트(350개 필라멘트)를 함유했고 100℃로 가열된 권취 롤을 사용하여 약 1000m/분의 속도로 용융 방사되어 약 9의 공칭 dpf 및 약 36 μ m의 평균 섬유 직경을 갖는 필라멘트를 형성했다. PT 769 마감재의 24중량% 마감재 용액을 키스 롤 도포기를 사용하여 2성분 섬유에 도포했다. 2성분 섬유의 필라멘트를 조합한 후 100m/분의 연신 롤 속도 및 38℃의 온도에서 연신 라인 상에서 3.0x로 연신하여 약 3의 평균 dpf 및 약 20 μ m의 평균 직경을 갖는 연신된 해도 2성분 필라멘트를 형성했다. 상기 연신된 해도 2성분 섬유를 약 6.4mm 길이의 짧은 길이 섬유로 절단했다. 상기 짧은 길이 해도 2성분 섬유는 평균 직경 약 2.8 μ m의 폴리에스터 극세사 "섬"으로 이루어졌다.

[0473] 실시예 30

[0474] 실시예 29의 짧은 절단 길이 해도 2성분 섬유를 80℃에서 연수를 사용하여 세척하여 수분산성 설포폴리에스터 "바다" 성분을 제거하고, 이로써, 섬유의 "섬" 성분이었던 폴리에스터 극세사를 방출시켰다. 세척된 폴리에스터 극세사를 25℃에서 연수를 사용하여 행구어 대부분의 "바다" 성분을 본질적으로 제거했다. 세척된 섬유를 광학 현미경으로 관찰한 바 약 2.8 μ m의 평균 직경 및 약 6.4mm 길이의 폴리에스터 극세사가 보였다.

[0475] 실시예 31

[0476] 습식 극세사 원료 핸드 시트를 하기 절차를 이용하여 제조했다. 56.3gm의 실시예 16의 3.2mm 절단 길이 해도 2성분 섬유, 2.3gm의 네덜란드 폭스홀 소재의 아베베에서 제조된 예비-젤라틴화된 4급 양이온성 감자 전분인 슬비토스 N, 및 1410gm의 실온수를 2 리터 비커에 배치하여 섬유 슬러리를 제조했다. 섬유 슬러리를 교반했다.

이 섬유 슬러리의 1/4의 양인, 약 352ml를 1000ml 펄프제조기에 배치하고 30초 동안 7000rpm에서 펄프화했다. 이 섬유 슬러리를 82℃로 10초 동안 가열하여 유화시켜 해도 2성분 섬유 중의 수분산성 설포폴리에스터 성분을 제거하고 폴리에스터 극세사를 방출시켰다. 이후 섬유 슬러리를 변형시켜 설포폴리에스터 분산액 및 폴리에스터 극세사를 제조했다. 상기 폴리에스터 극세사를 500gm의 실온수를 사용하여 행구어 폴리에스터 극세사로부터 설포폴리에스터를 또한 제거했다. 충분한 실온수를 첨가하여 352ml의 극세사 슬러리를 제조했다. 이 극세사 슬러리를 30초 동안 7000rpm에서 재펠프화했다. 이 극세사를 8리터 금속 비커에 옮겼다. 섬유 슬러리의 나머지 4분의 3을 유사하게 펄프화하고, 세척하고, 행구고 재펠프화하고 8리터 금속 비커에 옮겼다. 이후 6090gm의 실온수를 첨가하여 약 0.49% 농도(7500gm 물 및 36.6gm 폴리에스터 극세사)를 만들어 극세사 슬러리를 제조했다. 이 극세사 슬러리를 고속 임펠러 믹서를 사용하여 60초 동안 진탕시켰다. 이 극세사 슬러리로부터 핸드 시트를 제조하는 나머지 절차는 실시예 20에서와 같다. 약 490gsm의 평량을 갖는 극세사 원료 핸드 시트는 약 2.5 μ m의 평균 직경 및 약 3.2mm의 평균 길이의 폴리에스터 극세사로 이루어졌다.

[0477] 실시예 32

[0478] 습식 핸드 시트를 하기 절차를 이용하여 제조했다. 7.5gm의 실시예 31의 폴리에스터 극세사 원료 핸드 시트, 0.3gm의 네덜란드 폭스홀 소재의 아베베에서 제조된 예비-젤라틴화된 4급 양이온성 감자 전분인 솔비토스 N, 및 188gm의 실온수를 1000ml 펄프제조기에 배치하고 30초 동안 7000rpm에서 펄프화했다. 극세사를 7312gm의 실온수와 함께 8리터 금속 비커에 옮겨 약 0.1% 농도(7500gm 물 및 7.5gm 섬유상 물질)를 만들어 극세사 슬러리를 제조했다. 이 극세사 슬러리를 고속 임펠러 믹서를 사용하여 60초 동안 진탕시켰다. 이 슬러리로부터 핸드 시트를 제조하는 나머지 절차는 실시예 20에서와 같다. 약 2.5 μ m의 평균 직경을 갖는 폴리에스터 극세사의 100gsm 습식 핸드 시트가 수득되었다.

[0479] 실시예 33

[0480] 실시예 29의 6.4mm 절단 길이 해도 2성분 섬유를 80℃에서 연수를 사용하여 세척하여 수분산성 설포폴리에스터 "바다" 성분을 제거하고, 이로써, 2성분 섬유의 "섬" 성분이었던 폴리에스터 극세사를 방출시켰다. 세척된 폴리에스터 극세사를 25℃에서 연수를 사용하여 행구어 대부분의 "바다" 성분을 본질적으로 제거했다. 세척된 폴리에스터 극세사를 광학 현미경으로 관찰한 바 약 2.5 μ m의 평균 직경 및 6.4mm의 길이를 나타냈다.

[0481] 실시예 34

[0482] 실시예 16, 실시예 27 및 실시예 29의 짧은 절단 길이 해도 2성분 섬유를 약 1중량% 미국 조지아주 애틀랜타 소재의 시그마-알드리치 캄파니(Sigma-Aldrich Company)로부터의 에틸렌 다이아민 테트라 아세트산 테트라 나트륨염(Na₄ EDTA)을 2성분 섬유 중량 기준으로 약 1중량% 함유하는 연수를 사용하여 80℃에서 따로따로 세척하여 수분산성 설포폴리에스터 "바다" 성분을 제거하고, 이로써, 2성분 섬유의 "섬" 성분이었던 폴리에스터 극세사를 방출시켰다. Na₄EDTA와 같은 하나 이상의 연수화제를 첨가하는 것은 해도 2성분 섬유로부터의 수분산성 설포폴리에스터 중합체의 제거를 보조한다. 세척된 폴리에스터 극세사를 25℃에서 연수를 사용하여 행구어 대부분의 "바다" 성분을 본질적으로 제거했다. 세척된 폴리에스터 극세사를 광학 현미경으로 관찰한 바, 폴리에스터 극세사의 우수한 방출 및 분리를 나타냈다. Na₄EDTA와 같은 연수화제를 물 중에 사용하는 것은 설포폴리에스터의 수분산성에 악영향을 미칠 수 있는 설포폴리에스터의 Ca⁺⁺ 이온 교환을 예방한다. 전형적인 연수는 15ppm 이하의 Ca⁺⁺ 이온 농도를 함유할 수 있다. 본원에 기재된 공정에 사용되는 연수가 Ca⁺⁺ 및 다른 다가 이온의 본질적으로 0인 농도를 갖거나, 대안적으로 이 Ca⁺⁺ 이온 및 다른 다가 이온과 결합하는 Na₄EDTA와 같은 충분한 연수화제를 사용하는 것이 바람직하다. 이 폴리에스터 극세사는 전술된 실시예의 절차를 이용하여 습식 시트를 제조하는 데 사용될 수 있다.

[0483] 실시예 35

[0484] 실시예 16 및 실시예 27의 짧은 절단 길이 해도 2성분 섬유를 하기 절차를 이용하여 따로따로 처리했다. 17그램의 네덜란드 폭스홀 소재의 아베베에서 제조된 예비-젤라틴화된 4급 양이온성 감자 전분인 솔비토스 N을 증류수에 첨가했다. 전분이 완전히 용해되거나 가수분해된 후, 429그램의 짧은 절단 길이 해도 2성분 섬유를 상기 증류수에 서서히 첨가하여 섬유 슬러리를 제조했다. 윌리엄스 로터리 컨티뉴어스 피드 리파이너(Williams Rotary Continuous Feed Refiner)(5인치 직경)를 켜서 수분산성 설포폴리에스터가 폴리에스터 극세사로부터 분리되기에 충분한 전단 작용을 제공하기 위해 섬유 슬러리를 정제 또는 혼합했다. 원료 체크트의 내용물을 24리터 스테인레스강 용기에 붓고, 뚜껑을 꼭 닫았다. 스테인레스강 용기를 프로페인 쿠커 상에 배치하고 해도 섬유

유 중의 설폴폴리에스터 성분을 제거하고 폴리에스터 극세사를 방출시키기 위해 섬유 슬러리가 약 97℃에서 비등하기 시작할 때까지 가열했다. 섬유 슬러리가 비등에 도달한 후, 수동 진탕 패들로 진탕시켰다. 스테인레스 강 용기의 내용물을 30메쉬 스크린을 갖는 27in x 15in x 6in 깊은 폴스 보텀 크누체(False Bottom Knuche)에 부어 설폴폴리에스터 분산액 및 폴리에스터 극세사를 제조했다. 설폴폴리에스터 분산액은 물 및 수분산성 설폴폴리에스터로 이루어졌다. 폴리에스터 극세사를 크누체에서 15초 동안 10리터의 연수로 17℃에서 행구고, 압착하여 과량의 물을 제거했다.

[0485] 20그램의 폴리에스터 극세사(건조 섬유 기준)를 2000ml의 물에 70℃에서 첨가하고 허만 매뉴팩처링 컴파니(Hermann Manufacturing Company)에 의해 제조된 2리터 3000rpm 3/4 마력 하이드로펄퍼(hydropulper)를 사용하여 3분(9,000회전) 동안 진탕시켜 1% 농도의 극세사 슬러리를 제조했다. 실시예 20에서 전술된 절차를 이용하여 핸드시트를 제조했다.

[0486] 상기 핸드시트를 광학 현미경 및 주사 전자 현미경으로 관찰한 바 폴리에스터 극세사의 우수한 분리 및 형성이 보였다.