

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2014-0075743 (43) 공개일자 2014년06월19일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) D02G 3/02 (2006.01) C08G 63/676 (2006.01) D01F 6/22 (2006.01) (21) 출원번호 10-2014-7010296 (22) 출원일자(국제) 2011년09월22일 심사청구일자 없음 (85) 번역문제출일자 2014년04월17일 (86) 국제출원번호 PCT/US2011/052797 (87) 국제공개번호 WO 2013/043180 국제공개일자 2013년03월28일		(71) 출원인 이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니 미합중국 델라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시 마아캣트 스트리트 1007 (72) 발명자 베이츠, 더블유., 더글라스 미국 19802 델라웨어주 월밍톤 더블유. 27쓰 스트 리트 902 (74) 대리인 심미성, 양영준

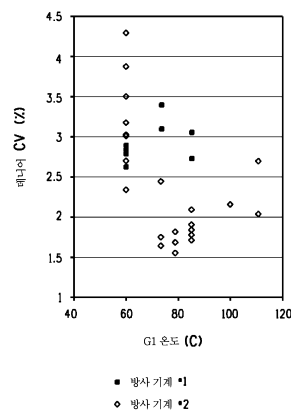
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 발명의 명칭 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 섬유, 제조 방법, 및 그로부터 제조되는 천

(57) 요약

세테니어 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 방사 연신 섬유는 높은 세테니어 균일성을 특징으로 한다. 4000 내지 6000 m/min의 방사 속도에서 균일한 세테니어사를 제조하는 방법이 또한 개시된다. 본 발명의 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 섬유는 그 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌을 포함한다. 그로부터 제조되는 천이 또한 개시된다.

대 표 도 - 도5



특허청구의 범위

청구항 1

폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌을 포함하는 조성물 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을 포함하며, 필라멘트당 데니어(denier per filament)가 3 이하이고, 데니어 변동 계수(denier coefficient of variation)가 2.5% 이하이고, 복굴절률이 0.055 이상인 것을 특징으로 하는 필라멘트.

청구항 2

제1항에 있어서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)인 필라멘트.

청구항 3

제1항에 있어서, 조성물은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.5 내지 2 중량%의 폴리스티렌 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을 포함하는 필라멘트.

청구항 4

제3항에 있어서, 조성물은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.5 내지 2 중량%의 폴리스티렌 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 으로 본질적으로 이루어지는 필라멘트.

청구항 5

제2항에 있어서, 조성물은 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 중에 분산된 0.5 내지 2 중량%의 폴리스티렌 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을 포함하는 필라멘트.

청구항 6

제2항에 있어서, 조성물은 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 중에 분산된 0.5 내지 2 중량%의 폴리스티렌 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 으로 본질적으로 이루어지는 필라멘트.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 섬유를 방사하는 방법, 생성된 섬유, 및 그 용도에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트), 특히 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) (3GT, 트라이엑스타(Triexta) 또는 PTT로도 지칭됨)는 텍스타일(textile)에 유용한 섬유-형성 중합체로서 최근 많은 주목을 끌어들였다. PTT 섬유는 우수한 물리적 특성 및 화학적 특성을 갖는다. 대부분 폴리에틸렌 테레프탈레이트 (PET)인, 부분 배향 폴리에스테르사(partially oriented polyester yarn; POY) 또는 방사 연신사(spun drawn yarn; SDY)로부터 제조되는 연속 텍스처 폴리에스테르사(continuous textured polyester yarn)는 다수의 텍스타일 응용, 예를 들어, 편포(knit fabric) 및 직포(woven fabric)뿐만 아니라 부직포, 예를 들어, 스핀본딩된(spunbonded) PET에서 광범위한 상업적 용도를 갖는다. 텍스타일 용어 "안(yarn)"은 개별 섬유들의 번들(bundle)을 지칭한다. 예를 들어, 셔츠 및 블라우스는 종종 30 내지 40개의 필라멘트들의 번들로 구성된 안으로 제조된다.

[0003] PET사 및 PTT사 둘 모두를 포함하는 폴리에스테르사는 소위 용융 방사 공정에 의해 제조되며, "용융 방사된"으로 언급된다. 용융 방사는 중합체를 용융하고 소위 방사구(spinneret) 내의 구멍을 통해 압출하는 공정이다. 전형적인 텍스타일 응용에서, 방사구에는 직경이 각각 약 0.25 mm인 복수의 구멍, 종종 30 내지 40개의 구멍이 제공된다. 그에 의해 다수의 필라멘트가 하나의 방사구로부터 압출된다. 그러한 필라멘트들이 조합되어 안으로 불리는 번들을 형성한다.

[0004] 폴리에스테르사는 다른 유형의 안 없이 또는 다른 유형의 안과 함께 임의의 조합으로 사용될 수 있다. 그러므

로, 폴리에스테르사는 전체 천(fabric)을 구성할 수 있거나, 또는 직포에서 경사(warp), 위사(weft) 또는 씨실(fill)을 구성할 수 있거나; 또는 예를 들어, 면, 모, 레이온, 아세테이트, 기타 폴리에스테르, 스판덱스 및/또는 그 조합을 갖는 안 블렌드에서 둘 이상의 안 중 하나일 수 있다.

[0005] 후지모토(Fujimoto) 등의 미국 특허 제6,284,370호는, 제1 롤을 30 내지 80℃로 가열하고, 제2 롤을 100 내지 160℃로 가열하며, 제1 롤과 제2 롤 사이에 가해지는 연신비(draw ratio)가 1.3 내지 4의 범위인, 1 내지 2 dpf PTT 섬유의 제조 방법을 개시한다. 13개의 실시예 및 11개의 비교예에서, 후지모토는 하나의 비교예를 제외하고는 제1 롤을 60℃ 초과와 온도로 가열하지 않았다. 모든 실시예에서, 제1 롤 온도는 50 내지 60℃의 범위였다.

[0006] 덩(Ding)의 미국 특허 제7,785,507호는 2 내지 3 dpf PTT 섬유의 제조 방법을 개시하는데, 여기서 제1 고데트(godet)를 85 내지 160℃로 가열하고, 제2 고데트를 125 내지 195℃로 가열하고, 제1 롤과 제2 롤 사이에 가해지는 연신비가 1.1 내지 2의 범위이다. 덩은 75℃의 제1 고데트 온도가 과도한 라인 파단(line break)을 야기하였다고 교시한다. 우스터(Uster) 결과는 대략 0.90 내지 0.95%였다. 모든 실시예에서, 제1 고데트의 온도는 90℃ 이상이었다.

[0007] 하웰(Howell) 등의 미국 특허 제6,287,688호는, PET사와 비교하여, 증가된 신축성, 풍부한 벌크(luxurious bulk) 및 개선된 감촉(hand)을 나타내는 텍스처 PTT사의 제조를 기재한다. 하웰 등은 최대 2600 m/min의 방사 속도에서의 부분 배향 PTT사의 제조를 기재한다. 대조적으로, PET는 일상적으로 그러한 속도의 수 배의 속도에서 용융 방사된다. 비용 때문에, 2600 m/min 초과와 속도에서 PTT사를 방사할 수 있도록 하는 것이 매우 바람직하다.

[0008] 창(Chang) 등의 미국 특허 제6,923,925호는, 최대 5000 m/min의 속도에서 방사 연신사로 용융 방사될 수 있는 약 2% 폴리스티렌 (PS)을 함유하는 PTT를 포함하는 조성물을 개시한다. 창 등은 그렇게 생성된 안의 데니어 균일성 (데니어 CV)에 대해서는 전혀 언급하지 않으며, 방사 연신사를 제조하는 데 사용된 고데트 롤의 온도에 대해서도 마찬가지로 언급하지 않는다.

[0009] 상업적으로 실행가능한 방사 속도에서 방사될 수 있으며, 고품질 천 및 의복(garment)의 제조에서 실용적이기에 충분한 데니어 균일성을 갖는 PTT의 저 데니어 방사-연신 필라멘트사가 요구된다.

발명의 내용

[0010] 제1 태양에서, 본 발명은, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌을 포함하는 조성물 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을 포함하며, 필라멘트당 데니어(denier per filament, dpf)가 3 이하이고, 데니어 변동 계수(denier coefficient of variation)가 2.5% 이하이고, 복굴절률이 0.055 이상인 것을 특징으로 하는 필라멘트를 제공한다.

[0011] 일 실시 형태에서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)이다.

[0012] 다른 태양에서, 본 발명은, 필라멘트당 데니어가 3 이하이고 데이어 변동 계수가 2.5 이하인 것을 특징으로 하는 신규한 방사 연신 필라멘트를 형성하는 방법으로서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌을 포함하는 중합체 용융물 - 상기 중량%는 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을, 소정 단면 형상을 갖는 오리피스스를 통해 압출하여, 연속 필라멘트형 압출물을 형성하는 단계, 압출물을 급랭하여 연속 필라멘트로 고화하는 단계, 필라멘트를 70 내지 100℃ 범위의 온도로 가열된 제1 중동 롤 상에 감고 제1 회전 속도에서 회전시킨 후에 필라멘트를 100 내지 130℃ 범위의 온도로 가열된 제2 중동 롤 상에 감고 제2 회전 속도에서 회전시키는 단계; 및 상기 필라멘트를 4,000 미터/분(m/min) 이상의 선속도로 권취(take-up) 롤 상에 감는 단계 - 여기서, 제2 회전 속도에 대한 제1 회전 속도의 비는 1.75 내지 3의 범위임 - 를 포함하며; 그에 의해 필라멘트당 데니어가 3 이하이고 데니어 변동 계수가 2.5% 이하인 방사 연신 필라멘트를 형성하는 방법을 제공한다.

[0013] 일 실시 형태에서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)이다.

[0014] 다른 태양에서, 본 발명은, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌을 포함하는 조성물을 포함하는 필라멘트 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 를 포함하는 천을 제공하며, 여기서 상기 필라멘트는 필라멘트당 데니어가 3 이하이고 데니어 변동 계수가 2.5% 이하이고 복굴절률이 0.055 이상인 것을 특징으로 한다.

[0015] 일 실시 형태에서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)이다.

도면의 간단한 설명

[0016] <도 1>

도 1은 본 발명에 따른 방사구(spinneret)에 용융물을 공급하는 일 실시 형태의 개략도이다.

<도 2>

도 2는 본 발명에 따른 섬유 방사 공정의 일 실시 형태의 개략도이다.

<도 3>

도 3은 본 발명의 직포를 제작하기에 적합한 직기(loom)를 나타낸다.

<도 4>

도 4는 실시예에 사용된 방사 기계의 개략도이다.

<도 5>

도 5는 방사 기계 #2를 사용하여 얻어지는 결과를 방사 기계 #1을 사용하여 얻어지는 결과와 대조하여, 테니어 변동 계수에 대한 제1 고데트의 온도의 영향을 나타내는 실험 결과의 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 일 태양에서, 본 발명은, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌을 포함하는 조성물 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을 포함하며, 필라멘트당 테니어 (dpf)가 3 이하이고, 테니어 변동 계수 (테니어 CV)가 2.5% 이하이고, 복굴절률이 0.055 이상인 것을 특징으로 하는 필라멘트에 관한 것이다.

[0018] 일 실시 형태에서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)이다.

[0019] 일 실시 형태에서, 본 발명의 필라멘트는 연속 필라멘트이다. 대안적인 실시 형태에서, 본 발명의 필라멘트는 스테이플 필라멘트이다. 일 실시 형태에서, 복수의, 본 발명의 필라멘트가 조합되어 멀티필라멘트사를 형성한다. 그렇게 형성된 멀티필라멘트사는 텍스처링(texturing)을 위해, 그리고 세테니어사(fine denier yarn)가 바람직한 그러한 텍스타일 응용, 예를 들어, 셔츠, 블라우스, 라제리, 양말류 등에서의 최종 용도를 위해 적합하다.

[0020] 본 발명의 멀티필라멘트사는, 본 기술 분야에 공지된 방법에 의해 편포, 직포, 및 부직포를 형성하는 데 유용하다.

[0021] 대안적인 실시 형태에서, 본 발명의 필라멘트는 매우 다양한 부직 구조물에 사용하기에 또한 적합하다. 본 발명의 필라멘트는 랜덤 또는 준-랜덤(quasi-random) 웹으로 배열되어 필라멘트형 부직포를 형성할 수 있다. 추가의 실시 형태에서, 필라멘트형 부직포는 복수의, 본 발명의 연속 필라멘트 스트랜드(strand)를 포함한다. 대안적인 추가의 실시 형태에서, 필라멘트형 부직포는 단일 연속 필라멘트 스트랜드를 포함한다. 대안적인 실시 형태에서, 필라멘트형 부직포는 본 발명의 필라멘트로부터 형성되는 복수의 스테이플 필라멘트를 포함한다. 본 발명의 목적상 필라멘트형 부직포는 그의 기본 구성 요소가 멀티필라멘트사 세그먼트가 아니라 단일의 랜덤 또는 준-랜덤 배치된 필라멘트 세그먼트인 부직포이다.

[0022] 다른 태양에서, 본 발명은, 필라멘트당 테니어가 3 이하이고 테이아 변동 계수가 2.5% 이하인 것을 특징으로 하는 신규한 방사 연신 필라멘트를 형성하는 방법을 제공하는데, 본 방법은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌 - 상기 중량%는 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을 포함하는 중합체 용융물을 소정 단면 형상을 갖는 오리피스를 통해 압출하여, 연속 필라멘트형 압출물을 형성하는 단계, 압출물을 급랭하여 연속 필라멘트로 고화하는 단계, 필라멘트를 70 내지 100℃ 범위의 온도로 가열된 제1 종동 롤 상에 감고 제1 회전 속도에서 회전시키는 후에, 필라멘트를 100 내지 130℃ 범위의 온도로 가열된 제2 종동 롤 상에 감고 제2 회전 속도에서 회전시키는 단계; 및 상기 필라멘트를 4,000 미터/분 (m/min) 이상의 선속도로 권취 롤 상에 감는 단계를 포함하며, 제2 회전 속도에 대한 제1 회전 속도의 비는 1.75 내지 3의 범위이다.

[0023] 하기에 제공되는 실시 형태에서 입증되는 바와 같이, 제1 고데트가 70℃ 초과로 설정되는 경우 4,000 m/min 이

상의 속도에서 방사될 때 3 dpf 이하의 양의 데니어 CV는, 제1 고데트가 상업적으로 전형적인 60℃의 온도로 설정되는 경우 동일한 속도에서 방사되는 비견되는 조성물의 양의 데니어 CV보다 현저히 더 낮다.

- [0024] 용어 "데니어 변동 계수" (데니어 CV)는 우스터 테크놀로지스(Uster Technologies)로부터 입수가능한 우스터 안균제도(evenness) 시험기에 의해 결정되는 데니어의 변동 계수를 지칭한다. 소위 "우스터 시험기"는 섬유 또는 양의 단일 연속 스트랜드의 길이에 따른 데니어 변동을 측정한다. 데니어 CV는, 우스터 시험기로부터 결정되는, 데니어의 표준 편차를 평균 데니어로 나누어서 얻어지는 값을 나타내는 표준 통계 파라미터이다.
- [0025] 본 발명에서, 농도는 달리 언급되지 않는다면 중량 퍼센트로 언급된다. 특히, 본 발명의 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 또는 다른 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와 블렌딩되는 폴리스티렌의 농도는 조성물 중 중합체의 총 중량에 대한 폴리스티렌의 중량 퍼센트로서 표시됨이 이해될 것이다.
- [0026] 본 명세서에서 일정 범위의 수치 값이 제공될 때, 특별히 달리 언급되지 않는다면 그 범위의 종점(end-point)을 포함하는 것으로 이해될 것이다. 수치 값은 ASTM E29-08에 기재된 바와 같이 제공되는 유효 숫자의 개수의 정밀도(precision)를 갖는 것으로 이해되어야 한다. 예를 들어, 수치 3은 2.5 내지 3.4의 범위를 포함하는 것으로 이해되어야 할 것이고, 반면에 수치 3.0은 2.95 내지 3.04의 범위를 포함하는 것으로 이해되어야 할 것이다.
- [0027] 본 발명의 목적상, 상세한 설명은, 달리 명시적으로 언급되지 않는다면, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)가 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) (PTT)인 실시 형태들에 관한 것이다. 다른 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)로의 본 발명의 확장은, 동일한 중합도라고 가정할 때, 포함되는 특정 아릴레이트 단량체 단위의 분자량의 차이에 적합하게 중량 기준 농도를 조정함으로써 이루어질 것이다.
- [0028] 폴리스티렌 및 PTT 둘 모두의 단일중합체 및 공중합체 둘 모두가 본 발명에 사용하기에 적합하다. 본 발명의 목적상, 용어 "공중합체"는 이원공중합체뿐만 아니라 삼원공중합체, 사원공중합체 등을 포함하는 것으로 이해될 것이다. 용어 "공중합체"는 함께 중합된 임의의 개수의 단량체를 포함하는 것으로 이해될 것이다. 실제로는, 매우 많은 응용이 단일중합체, 이원공중합체, 및 삼원공중합체로 제한된다.
- [0029] 일 실시 형태에서, 필라멘트는 97 내지 99.9 중량%의 PTT 및 3 내지 0.1 중량%의 폴리스티렌 (PS)을 포함하는 조성물을 포함한다. 다른 실시 형태에서, 필라멘트는 70 내지 99.5 중량%의 PTT, 3 내지 0.5 중량%의 PS, 및 선택적으로, 최대 29.5 중량%의 기타 폴리에스테르를 포함하는 조성물을 포함한다. 다른 실시 형태에서, 필라멘트는 98 내지 99.5 중량%의 PTT 및 2 내지 0.5 중량%의 PS를 포함하는 조성물을 포함한다.
- [0030] 일 실시 형태에서, 필라멘트는 97 내지 99.9 중량%의 PTT 및 3 내지 0.1 중량%의 폴리스티렌 (PS)으로 본질적으로 이루어지는 조성물로 본질적으로 이루어진다. 다른 실시 형태에서, 필라멘트는 70 내지 99.5 중량%의 PTT, 3 내지 0.5 중량%의 PS, 및, 선택적으로, 최대 29.5 중량%의 기타 폴리에스테르로 본질적으로 이루어지는 조성물로 본질적으로 이루어진다. 다른 실시 형태에서, 필라멘트는 98 내지 99.5 중량%의 PTT 및 2 내지 0.5 중량%의 PS로 본질적으로 이루어지는 조성물로 본질적으로 이루어진다.
- [0031] 적합한 PTT 중합체는 1,3-프로판다이올과 테레프탈산 또는 다이메틸테레프탈레이트의 축합 중합에 의해 형성된다. 이들과의 공중합을 위한 하나 이상의 적합한 공단량체는 4 내지 12개의 탄소 원자를 갖는, 선형, 환형 및 분지형 지방족 다이카르복실산 또는 에스테르 (예를 들어, 부탄다이오익산, 펜탄다이오익산, 헥산다이오익산, 도데칸다이오익산, 및 1,4-사이클로헥산다이카르복실산, 및 이들의 상응하는 에스테르); 테레프탈산 또는 에스테르 이외의 것이며 8 내지 12개의 탄소 원자를 갖는 방향족 다이카르복실산 또는 에스테르 (예를 들어, 아이소프탈산 및 2,6-나프탈렌다이카르복실산); 2 내지 8개의 탄소 원자를 갖는, 선형, 환형 및 분지형 지방족 다이올 (1,3-프로판다이올 이외의 것임), 예를 들어 에탄다이올, 1,2-프로판다이올, 1,4-부탄다이올, 3-메틸-1,5-펜탄다이올, 2,2-다이메틸-1,3-프로판다이올, 2-메틸-1,3-프로판다이올, 및 1,4-사이클로헥산다이올; 및 4 내지 10개의 탄소 원자를 갖는 지방족 및 방향족 에테르 글리콜, 예를 들어 하이드로퀴논 비스(2-하이드록시에틸) 에테르, 또는 분자량이 460 미만인 폴리(에틸렌 에테르) 글리콜 (다이에틸렌에테르 글리콜을 포함함)로 이루어진 군으로부터 선택된다. 공단량체는 전형적으로 0.5 내지 15 몰% 범위의 수준으로 PTT 공중합체에 존재하며, 최대 30 몰%의 양으로 존재할 수 있다.
- [0032] PTT는, 특성에 유익한 부작용을 미치지 않도록 선택되는 소량의 기타 공단량체를 함유할 수 있다. 그러한 기타 공단량체에는, 예를 들어 약 0.2 내지 5 몰% 범위의 수준의 5-소듐-설포아이스프탈레이트가 포함된다. 매우 소량의 3작용성 공단량체, 예를 들어 트라이멜리트산이 점도 제어를 위해 혼입될 수 있다. PTT는 최대 30 몰%의 기타 중합체와 블렌딩될 수 있다. 예로는 상기에 언급된 것들과 같이, 기타 다이올로부터 제조되는 폴리에스테르가 있다.

- [0033] 일 실시 형태에서, PTT는 85 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 함유한다. 추가의 실시 형태에서, PTT는 90 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 함유한다. 또 다른 추가의 실시 형태에서, PTT는 98 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 함유한다. 또 다른 추가 실시 형태에서, PTT는 100 몰%의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 포함한다.
- [0034] 일 실시 형태에서, 적합한 PTT는 0.70 dI/g 내지 2.0 dI/g 범위의 고유 점도(IV)를 특징으로 한다. 추가의 실시 형태에서, 적합한 PTT는 0.80 dI/g 내지 1.5 dI/g 범위의 IV를 특징으로 한다. 더욱 추가의 실시 형태에서, 적합한 PTT는 0.90 dI/g 내지 1.2 dI/g 범위의 IV를 특징으로 한다.
- [0035] 일 실시 형태에서, 적합한 PTT는 10,000 Da 내지 40,000 Da 범위의 수평균 분자량(M_n)을 특징으로 한다. 추가의 실시 형태에서, 적합한 PTT는 20,000 Da 내지 25,000 Da 범위의 M_n 을 특징으로 한다.
- [0036] 일 실시 형태에서, 적합한 폴리스티렌은 폴리스티렌 단일중합체, α -메틸-폴리스티렌, 및 스티렌-부타디엔 공중합체 및 그의 블렌드로 이루어진 군으로부터 선택된다. 일 실시 형태에서, 폴리스티렌은 폴리스티렌 단일중합체이다. 추가의 실시 형태에서, 폴리스티렌 단일중합체는 5,000 Da 내지 300,000 Da 범위의 M_n 을 특징으로 한다. 더욱 추가의 실시 형태에서, 폴리스티렌 단일중합체의 M_n 은 50,000 Da 내지 200,000 Da의 범위이다. 더욱 추가의 실시 형태에서, 폴리스티렌 단일중합체의 M_n 은 75,000 Da 내지 200,000 Da의 범위이다. 더욱 추가의 실시 형태에서, 폴리스티렌 단일중합체의 M_n 은 120,000 Da 내지 150,000 Da의 범위이다. 유용한 폴리스티렌은 아이소택틱(isotactic), 어택틱(atactic), 또는 신디오택틱(syndiotactic)일 수 있다. 고분자량 어택틱 폴리스티렌 단일중합체가 바람직하다.
- [0037] 본 발명에 유용한 폴리스티렌은 다우 케미칼 컴퍼니(Dow Chemical Co.; 미국 미시간주 미들랜드 소재), 바스프(BASF; 미국 뉴저지주 마운트 올리브 소재) 및 시그마-알드리치(Sigma-Aldrich; 미국 미주리주 세인트 루이스 소재)를 비롯한 많은 공급업체로부터 구매가능하다.
- [0038] PTT와 PS는 용융 블렌딩되고, 이어서 스트랜드의 형태로 압출되며, 이 스트랜드는 이후 펠릿으로 절단된다. 다른 형태의 용융 블렌딩 및 후속 분쇄, 예를 들어 플레이크(flake), 칩(chip) 또는 분말(powder)로의 분쇄가 또한 수행될 수 있다. 일부 상황 하에서는, PS의 농도가 15% 초과인 제1 PTT/PS 블렌드를 포함하는 펠릿을 제조한 후에, 펠릿을 재용융하고 재용융물을 추가의 PTT로 희석하여 PS의 농도가 3% 이하인 제2 용융 블렌드를 형성하고, 제2 용융 블렌드를 본 발명의 필라멘트로 압출하는 것이 편리할 수 있다.
- [0039] 본 발명의 필라멘트는 PTT 및 PS를 포함하는 조성물을 포함한다. 일부 실시 형태에서, 블렌드에는 오직 이러한 2가지 물질만 있을 것이며, 이들은 총 100 중량%일 것이다. 그러나, 많은 경우에, 블렌드는 상업적인 용도에서 폴리에스테르 중합체 조성물 내에 일반적으로 포함되는 것과 같은 기타 성분을 가질 것이다. 그러한 첨가제에는 기타 중합체, 가소제, UV 흡수제, 난연제, 염료 등이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 따라서, 전체 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리스티렌은 100 중량%가 되지 않을 것이다. 기타 중합체에는, 예를 들어, 양 블렌드에 산 염색성(acid dyeability)을 부여하는 폴리아미드가 포함될 수 있다. 추가의, 비-폴리에스테르, 중합체가 첨가되는 그러한 경우에, PS의 중량 퍼센트 농도에 대한 폴리에스테르의 중량 퍼센트 농도의 비는 기타 중합체를 포함하지 않는 그러한 조성물에 대해서와 동일하다.
- [0040] 본 발명에 따르면, PS는 평균 크기가 500 나노미터 미만인 입자의 형태이다. 일 실시 형태에서, 폴리스티렌은 2% 이하의 농도의 폴리스티렌 단일중합체이고; 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 98 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 단량체 단위를 포함하는 PTT이다.
- [0041] 본 발명의 필라멘트는 dpf가 3 이하이고, 테니어 CV가 2.5% 이하이고, 복굴절률이 0.055 이상인 것을 특징으로 한다. 본 발명의 필라멘트의 전형적인 물리적 특성에는, 3 그램/테니어 초과와 강도(tenacity), 및 30 내지 70%의 파단 신율(elongation to break)이 포함된다. 일 실시 형태에서, 필라멘트 테니어는 2.5 이하이다. 다른 실시 형태에서, 복굴절률은 0.060 이상이다.
- [0042] 다른 태양에서, 본 발명은 (a) PTT 및 0.1 내지 3 중량% (wt%)의 폴리스티렌 (PS)으로 본질적으로 이루어지는 용융 블렌드를 제조하는 단계, (b) 그렇게 제조된 중합체 용융 블렌드를 용융 방사하여, 분산된 PS를 함유하는 PTT의 하나 이상의 필라멘트를 형성하는 단계를 포함하는, 단사 또는 멀티필라멘트사의 제조 방법에 관한 것이다.
- [0043] 본 발명의 필라멘트는 방사 연신 필라멘트로서, 즉, 방사 공정에서 완전히 연신된 필라멘트로서, 편리하게 제조

된다. '완전히 연신된'이란, 급랭 후의 필라멘트가 그의 극한 파단 신율에 가깝게 신장되었음을 의미한다. 바람직하게는, 방사는 4,000 m/min 이상의 방사 속도에서 방사구의 하나 이상의 구멍을 통해 본 발명의 중합체 블렌드를 압출하는 것을 포함한다. 용어 "방사 속도"는, 예를 들어 기계적 권취기(wind-up) 상에서의, 방사 섬유 축적 속도를 지칭한다.

[0044] 본 발명의 필라멘트의 특징인 0.055 이상의 높은 복굴절률은 방사 연신 공정에서 필라멘트에 가해지는 고도의 연신의 직접적인 결과이다. 높은 복굴절률은 방사 연신 필라멘트를 부분 배향 연신사 - 이는 후속적으로 연신-텍스처화됨 - 와 구분하는 원칙적인 방식이다.

[0045] 도 1은 본 발명에 사용하기에 적합한 용융 방사 기계의 일 실시 형태의 개략도이다. 도 1을 참조하면, PTT가 연속식 용융 중합기(1)에서 생성되고, 그로부터 이송 라인(2)을 통해 용융된 형태로 역회전 이축 압출기(3)로 수송되며, 이축 압출기에는 혼합 구역이 구비된다. 동시에, PS를 포함하는 펠릿이 연속 정량 공급기(weight-loss feeder; 4) 또는 다른 펠릿 공급기 수단을 통해 위성 압출기(5)로 공급되며, 여기서 펠릿이 용융되어 용융된 형태로 이송 라인(6)을 통해 이축 압출기(3)의 혼합 구역에서 또는 그 상류에서 이축 압출기(3)로 공급된다. 이축 압출기 내에서, PTT/PS 용융 블렌드가 형성된다. 생성된 용융 블렌드는 이송 라인(7)을 통해, 방사구(8)를 포함하는 방사 블록(spin block)으로 공급되며, 이 방사구로부터 하나 이상의 연속 필라멘트(9)가 압출된다.

[0046] 도 2는 본 발명에 따른 용융 방사를 위해 적합한 하나의 설비를 나타낸다. 34개의 필라멘트(22) (34개의 필라멘트를 모두 도시하지는 않음)가 구멍 방사구(21)를 통해 압출된다. 이들 필라멘트는 냉각 구역(23)을 통과하여 얇은 번들로 형성되며, 피니시 어플리케이터(24; finish applicator) 위로 지나간다. 냉각 구역은 공기 급랭 구역(air quench zone)을 포함하는데, 여기서는, 공기가 실온 및 60% 상대 습도에서 12 m/min (40 ft/min)의 속도로 얇은 번들에 부딪힌다. 공기 급랭 구역은, 공기가 얇은 번들을 가로질러 유동하는 소위 교차 공기 급랭식(cross-air-quench)으로, 또는 수렴하는 필라멘트들의 중앙에 공기 공급원이 있고 360° 에 걸쳐 방사상으로 외측으로 유동하는 소위 방사상 급랭식(radial quench)으로 설계될 수 있다. 방사상 급랭이 더욱 균일하고 효과적인 급랭 방법이다. 피니시 어플리케이터(24) 후에, 얇은 공급 롤로도 알려진 제1 종동 고데트 롤(25)로 이동하는데, 이는 분리기 롤과 짝을 이루며, 60 내지 100℃, 일 실시 형태에서는 70 내지 100℃로 설정된다. 얇은 제1 고데트 롤 및 분리기 롤 둘레에 6 내지 8회 감긴다. 제1 고데트 롤로부터, 얇은 연신 롤로도 알려진 제2 종동 고데트 롤로 이동하는데, 이는 제2 분리기 롤과 짝을 이루며, 110 내지 130℃로 설정된다. 얇은 제2 고데트 롤 및 분리기 롤 둘레에 6 내지 8회 감긴다. 연신 롤 속도는 4000 내지 6000 m/min인 한편, 공급 롤 속도에 대한 연신 롤 속도의 비는 1.75 내지 3의 범위이다. 연신 롤로부터, 얇은 제3 종동 고데트 롤(27)로 이동하는데, 이는 제3 분리기 롤과 짝을 이루며, 제2 고데트 롤의 롤 속도보다 1 내지 2% 더 빠른 속도 및 실온에서 작동한다. 얇은 제3 롤 쌍 둘레에 6 내지 10회 감긴다. 제3 롤 쌍으로부터, 얇은 인터레이스 제트(interlace jet; 28)를 통과하고, 이어서, 권취기(29)로 이동하는데, 이는 제3 롤 쌍의 산출에 맞는 속도로 작동한다.

[0047] 도 2를 참조하여, 본 발명의 방법에 따르면, 제1 고데트 롤이 압출된 필라멘트에 연신력을 가하여, 급랭 전에 이를 연신되게 하도록, 급랭된 필라멘트는 제1 고데트 롤 둘레에 적어도 1회, 그러나 바람직하게는 복수의 횡수로 감기며; 제1 고데트 롤의 하류에서는, 제2 고데트가 제1 고데트 롤과 제2 고데트 롤 사이에 놓인 필라멘트 부분에 연신력을 가하는 방식으로 필라멘트가 제2 고데트 롤 둘레에 적어도 1회, 그러나 바람직하게는 복수의 횡수로 감긴다. 도 2에 도시된 실시 형태에서, 제2 고데트 롤로부터, 필라멘트는 제3 고데트 롤로 향하며, 이는 렛다운 롤(let down roll)로서의 역할을 하고, 제2 (연신) 고데트 롤보다 1 내지 2% 더 높은 속도로 움직인다. 제3 고데트로부터, 필라멘트는 권취기로 향한다. 필라멘트가 권취기 상에 감기는 속도가 방사 속도로서 기술된다. 전형적인 설비에서, 권취기는 장력 제어된 권취기(tension controlled wind-up)이다.

[0048] 본 발명에 따르면, 제1 고데트 롤은 70 내지 100℃ 범위의 온도로 가열되며 제2 고데트 롤은 100 내지 130℃ 범위의 온도로 가열된다. 제1 고데트 롤은 제1 회전 속도로 구동되고; 제2 고데트 롤은 제2 회전 속도로 구동된다. 본 발명에 따르면, 제1 회전 속도에 대한 제2 회전 속도의 비 (연신비)는 1.75 내지 3의 범위에 속한다.

[0049] 일 실시 형태에서, 개별적으로 각각이 본 발명의 필라멘트인 복수의 필라멘트가 다중-구멍(multi-hole) 방사구를 통해 압출된다. 그렇게 압출된 필라멘트들은 조합되어 얇을 형성한다. 전형적으로, 압출된 필라멘트 또는 스레드라인(thread line)의 약간의 교반(agitation), 꼬임(twisting), 또는 둘 모두의 적용에 의해, 필라멘트의 인터레이싱을 야기함으로써, 얇으로 결합시킨다. 그렇게 형성된 얇은 복수의 필라멘트를 포함하며, 각각의 필라멘트는 dpf가 3 이하이고, 테니어 CV가 2.5% 이하이고, 복굴절률이 0.055 이상인 것을 특징으로 한다. 일 실시 형태에서, 필라멘트 테니어는 2.5 이하이다. 다른 실시 형태에서, 복굴절률은 0.060 이상이다. 전형적인 얇은 34, 48, 68, 및 72개의 필라멘트를 포함하지만, 얇을 만들기 위해 조합되는 필라멘트의 개수는 어떤 식으

로도 제한되지 않는다.

- [0050] 본 발명에 따라 형성되는 얇은, 복수의, 본 발명에 따른 필라멘트로 구성되는 것에만 제한되지 않고, 기타 필라멘트를 또한 함유할 수 있다. 예를 들어, 본 발명에 따라 형성된 얇은 폴리아미드, 폴리아크릴레이트뿐만 아니라 기타 폴리에스테르의 기타 필라멘트, 및 요구될 수 있는 기타 그러한 필라멘트를 함유할 수 있다. 기타 필라멘트는 또한 스테이플 섬유일 수 있다.
- [0051] 상기에 기재된 방사 연신 공정에 의해 형성될 수 있는, 본 발명에 따라 형성되는 얇은 연속 폴리에스테르 섬유에 텍스타일-유사 미관을 제공하기 위해 보통 실시되는 것과 같은 가연(假捻) 텍스처링(false twist texturing)을 위한 공급사(feed yarn)로서 사용하기에 적합하다. 모두가 본 기술 분야에 잘 알려져 있는 몇몇 유형의 텍스처링 장치가 있지만, 텍스처링 공정은 a) 상기에 기재된 방사 공정에 따라 형성되는 것과 같은 얇은 패키지를 제공하는 단계; (b) 패키지에서부터 얇은 푸는 단계, (c) 마찰 가연(加捻) 요소(friction twisting element) 또는 가연 스핀들(false-twist spindle)을 통해 얇은 단부를 스레딩(thread)하는 단계, d) 스핀들을 회전시켜, 회전 스핀들 상류의 얇은 꼬임(twist)을 부여하고, 열을 가하면서 회전 스핀들로부터의 하류에서 상류 꼬임을 푸는(untwist) 단계; 및 (e) 얇은 패키지를 상에 감는 단계를 포함한다.
- [0052] 본 발명은 세데니어 (3 dpf 이하) 방사 연신 PTT사의 방사에 있어서 생산성 증가를 가능하게 한다. 본 발명의 필라멘트 및 그의 얇은 순수(neat) PTT에 의해 달성될 수 있는 최대 방사 속도보다 30 내지 70% 더 큰 방사 속도에서 제조되었다. 생성된 얇은 신율 및 강도가, 단지 PS를 함유하지 않는다는 점에서만 본 발명의 얇은 상이한 (그리고 반드시 약 3000 m/min에서 방사되는) PTT 멀티필라멘트사의 신율 및 강도의 20% 이내임을 특징으로 한다. 따라서, 본 발명의 필라멘트로 본질적으로 이루어지는 얇은, 텍스타일 기계를 사용하는 데 필요한 단지 약간의 조정만으로, 매우 다양한 텍스타일 응용에 유용하다. 생성되는 얇은, PS를 함유하지 않고 3000 m/min에서 제조되는 PTT사에 대해 사용되는 것과 동일하거나 유사한 조건 하에서, 특히, 텍스처사, 텍스처화된 천 및 텍스처화된 카펫을 제조하는 데 유용하다.
- [0053] 본 발명의 필라멘트에서, PTT는 연속상 또는 "매트릭스"(matrix)이며, PS는 PTT 매트릭스 내에 분산된 불연속상이다. 일 실시 형태에서, PTT 매트릭스 중에 분산된 PS 입자의 크기는 500 nm 이하이다. 추가의 실시 형태에서, PTT 매트릭스 중에 분산된 PS 입자의 크기는 200 nm 이하이다.
- [0054] 본 발명의 이로운 특징에는 4000 m/min 이상의 방사 속도에서 세데니어, 고강도의 강인한 방사 연신 PTT사를 방사할 수 있다는 것이 포함된다. 이러한 이로운 특징은 PS의 미세한 입자 크기 및 PTT 중 PS의 분산의 부피 균일성 둘 모두에 좌우되며, 이는 결국 충분히 고전단인 용융 블렌딩의 적용에 좌우된다. 방사된 얇은 방사 성능 및/또는 물리적 특성이 갑자기 저하되는 임계 입자 크기(threshold particle size)는 존재하지 않는다. 그러나, PS 입자 크기가 커질수록, 성능이 서서히 악화된다. 500 nm 이상의 범위의 입자 크기에서는, 데니어 CV가 점진적으로 더 커진다. 유사하게, PTT 매트릭스 중의 입자 분포와 관련하여 균질성의 특정 임계값은 존재하지 않는다. 분산의 균일성이 더 우수할수록, 생성되는 방사 필라멘트가 더 균일할 것이다. 본 발명의 한 가지 특히 유용한 이점은 데니어 CV가 2.5% 이하인 것을 특징으로 하는 방사 연신사의 생성이다. 텍스타일 응용을 위한 세데니어사의 제조에 있어서는 낮은 데니어 CV가 본질적으로 중요하다. PS를 PTT 중에 분산시키는 공정이 500 nm 미만의 입자 크기를 보장하기에 충분한 전단력 및 충분히 높은 분산 균일성을 특징으로 하지 않는다면, 데니어 CV는 2.5% 이하가 될 가능성이 매우 적다.
- [0055] 용융물에 적용되는 전단력의 양은 혼합 요소의 회전 속도, 용융물의 점도, 및 혼합 구역 내에서의 용융물의 체류 시간에 좌우된다. 전단력이 너무 낮다면, PS가 분할되지 않아서 크기가 500 nm를 초과하는 액적부터 시작하거나 또는 이러한 액적으로 급속히 응집(agglomerate)되는 경향이 있다.
- [0056] 용융 블렌딩 방법은 배치식 및 연속식 둘 모두로 수행될 수 있다. 소위 고전단 혼합기, 예컨대 중합체 배합 분야에서 일반적으로 이용되는 것이 적합하다. 적합한 구매가능한 고전단 배치식 혼합기의 예에는 밴버리(Banbury) 혼합기 및 브라벤더(Brabender) 혼합기가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 연속식 고전단 혼합기의 예에는 동방향 회전 이축 압출기 및 파렐(Farrel) 연속식 혼합기가 포함된다. 역방향 회전(counter rotating) 이축 압출기가 또한 적합하다. 일반적으로, 적합한 고전단 혼합기는 중합체 용융물에 대해 50/s, 바람직하게는 100/s의 최소 전단율을 가할 수 있는 것들이다. 용융 블렌딩 후에, 생성되는 블렌드는 나중에 방사 기계에 공급하기 위해 펄스화할 수 있거나, 또는 용융 블렌드를 방사 기계에 직접 공급할 수 있다. 다른 유용한 방법은 중합체 용융물들을 조합하는 것이다. 이러한 방법의 예는 연속식 중합기로부터 이축 압출기의 제1 스테이지로 PTT 용융물을 제공하고, 위성 압출기로부터 이축 압출기의 혼합 구역으로 PS 용융물을 공급하여, 용융 블렌드를 생성하는 것일 수 있다. 다른 방법에서는, 용융 블렌딩을 위해 이축 압출기에 공급하기 전에, 텀

블링(tumbling)에 의해서와 같이, 비용융 중합체들을 건조 혼합할 수 있다.

- [0057] 양호한 섬유 방사 성능의 관점에서 500 nm 초과와 평균 입자 크기는 바람직하지 않다. 추가적으로, 하나의 단부를 따른 그리고 모든 단부에 걸친 이들 둘 모두의 균일한 필라멘트의 방사는 PS 입자의 부피 분포의 균일성에 명백히 좌우된다. 어떤 식으로든 본 발명의 범주를 제한하지는 않지만, 그의 실제 용융 공정에서, PS 입자는 용융되어 용융된 액적을 형성하고 이들 액적이 용융 PTT 매트릭스 중에 분산되는 것으로 추측된다.
- [0058] 용융 혼합기 내 온도는 PTT 및 PS 둘 모두의 용융점보다 높아야 할 것이나, 성분들 중 임의의 성분의 가장 낮은 분해 온도보다는 낮아야 할 것이다. 구체적인 온도는 이용되는 중합체의 특정 속성에 좌우될 것이다. 전형적인 실행에서, 용융물 온도는 200℃ 내지 270℃의 범위이다.
- [0059] 일 실시 형태에서, PTT/PS 블렌드 펠릿 중 PS의 농도는 0.5 내지 1.5%의 범위이다.
- [0060] 도 1에 나타난 바와 같이 그리고 중합체 섬유의 용융 방사에 대해 일반적으로 적용되는 바와 같이, 중합체 용융물은 이송 라인을 통해 방사구로 공급된다. 압출기로부터 이송 라인으로 유입되는 용융물은 난류이다. 그러나, 방사구 내의 복수의 구멍을 통한 균일한 유동을 달성하기 위하여 방사구 공급물은 층류이어야 한다. 용융물 유동이 난류에서 층류로 바뀌는 것은 이송 라인 내에서의 일이다.
- [0061] 필라멘트 방사는 광범위한 상업적 용도로 사용되고 있는 통상적인 장치 및 절차를 사용하여 달성될 수 있다. 실질적인 문제로서, 3 dpf 이하의 세테니어 필라멘트의 방사의 경우, 3% 초과와 PS 농도는 그렇게 생성된 섬유의 기계적 특성의 저하를 초래하는 것으로 나타난다. 추가로, 5% PS에서, 세테니어 필라멘트는 전혀 용융 방사될 수 없는 것으로 나타난다.
- [0062] 용융 방사 전에, 중합체 블렌드 펠릿은 용융 방사 동안 가수 분해를 피하기 위해 바람직하게는 30 ppm 미만의 수분 수준으로 건조된다. 당업계에서 공지된 임의의 건조 방법이 만족할 만하다. 일 실시 형태에서, 페루프(closed loop) 고온 공기 건조기가 사용된다. 전형적으로, PTT/PS 블렌드는 130℃, 및 -40℃ 미만의 노점(dew point)에서 6시간 동안 건조된다. 이렇게 건조된 PTT/PS 중합체 블렌드는 250 내지 265℃에서 섬유로 용융 방사된다.
- [0063] 전형적인 용융 방사 공정 - 그의 일 실시 형태가 하기에 상세히 기재되어 있음 - 에서, 건조된 중합체 블렌드 펠릿은 압출기로 공급되고, 이 압출기는 펠릿을 용융시키고 생성된 용융물을 정량 펌프로 공급하고, 이 정량 펌프는 중합체의 부피 조절된 유동(volumetrically controlled flow)을 이송 라인을 통해 가열된 방사 팩(spinning pack) 내로 전달한다. 펌프는 10 내지 20 MPa의 압력을 제공하여 방사 팩 - 이는 여과 매체 (예를 들어, 사상(sand bed) 및 필터 스크린)을 포함함 - 을 통해 강제로 유동시켜 수 마이크로미터보다 큰 임의의 입자를 제거하여야 한다. 방사구를 통한 질량 유량은 정량 펌프에 의해 조절된다. 팩의 바닥에서, 중합체는 두꺼운 금속 플레이트(방사구) 내의 복수의 작은 구멍을 통해 공기 급랭 구역(air quench zone)으로 빠져나간다. 구멍 개수 및 구멍 치수는 크게 변할 수 있지만, 전형적으로 하나의 방사구 구멍은 직경이 0.2 내지 0.4 mm의 범위이다. 방사는 유리하게는 235 내지 295℃, 바람직하게는 250 내지 290℃의 방사구 온도에서 달성된다.
- [0064] 그 크기의 구멍을 통한 전형적인 유량은 약 1 내지 5 g/min의 범위인 경향이 있다. 매우 많은 단면 형상이 방사구 구멍에 사용되지만, 원형 단면이 가장 일반적이다. 전형적으로, 방사된 필라멘트가 감기게 되는 고도로 제어된 회전 롤 시스템이 라인 속도(line speed)를 제한한다. 필라멘트의 직경은 유량 및 권취 속도(take-up speed)에 의해 결정되며; 방사구 구멍 크기에 의해 결정되지 않는다.
- [0065] 그렇게 제조된 필라멘트의 특성은, 특히 방사구로부터의 출구와 필라멘트의 고화 지점 사이의 영역 - 이는 급랭 구역으로 알려짐 - 에서, 섬유 동역학(threadline dynamics)에 의해 결정된다. 급랭 구역의 특정 설계, 즉 새로 생겨난 여전히 운동성이 있는 필라멘트(motile filament)를 가로지르는 공기 유량은 급랭된 필라멘트 특성에 매우 큰 영향을 미친다. 횡류(cross-flow) 급랭 및 방사상 급랭 둘 모두가 일반적으로 사용되고 있다. 급랭 또는 고화 후, 필라멘트는 권취 속도로 이동하는데, 이 권취 속도는 전형적으로 방사구 구멍으로부터의 탈출 속도보다 100 내지 200배 더 빠르다. 따라서, 방사구 구멍으로부터의 탈출 후에 스프레드라인의 상당한 가속 (및 신장)이 일어난다. 방사된 필라멘트 내로 동결된 배향의 양은 고화 지점에서의 필라멘트 내의 응력 수준과 직접 관련된다.
- [0066] 그에 의해 생성된 용융 방사 필라멘트는 원하는 최종 용도와 일치하는 방식으로 수집된다. 예를 들어, 스테이플 섬유로 전환시키고자 하는 필라멘트에 있어서, 복수의 연속 필라멘트는 토크(tow)로 조합될 수 있으며, 이는 소위 피들링 캔(piddling can) 내에 축적된다. 텍스처링(texturing)에서와 같이 연속 형태로 사용하고자 하는 필라멘트는 전형적으로 장력-제어된 권취기에 장착된 안 패키지 상에 감긴다. 본 발명에 따르면, 축적 속도는

4,000 m/min 이상이다.

- [0067] 텍스처링은, 가연 텍스처링으로 보통 알려져 있는 공정에 의해서 가연, 열고정(heat set), 및 해연(untwist)함으로써 권축(crimp)을 부여한다. 이러한 멀티필라멘트사("번들"이라고도 알려짐)는 이를 제조하는 데 사용되는 방사 연신사와 동일한 개수의 필라멘트를 포함한다. 따라서, 이는 10개 이상, 더욱 더 바람직하게는 25개 이상의 필라멘트를 포함하며, 전형적으로 최대 150개 이상, 바람직하게는 최대 100개, 더욱 바람직하게는 최대 80개의 필라멘트를 포함할 수 있다. 얇은 전형적으로 총 데니어가 1 이상, 더욱 바람직하게는 20 이상, 바람직하게는 50 이상, 더욱 바람직하게는 최대 250, 및 최대 1,500이다. 필라멘트는 바람직하게는 0.1 dpf 이상, 더욱 바람직하게는 0.5 dpf 이상, 더욱 바람직하게는 0.8 dpf 이상, 및 가장 바람직하게는 최대 3 dpf이다.
- [0068] PTT 스테이플 섬유는 PTT/PS-블렌드를 245 내지 285℃의 온도에서 필라멘트로 용융 방사하고, 필라멘트를 급랭하고, 급랭된 필라멘트를 연신하고, 연신된 필라멘트를 권축하고, 필라멘트를 바람직하게는 길이가 0.5 내지 15 cm (0.2 내지 6 인치)인 스테이플 섬유로 절단함으로써 제조할 수 있다. 한 가지 바람직한 방법은 (a) PTT 및 0.1 내지 3 %의 PS를 포함하는 중합체 블렌드를 제공하는 단계, (b) 용융된 블렌드를 245 내지 285℃의 온도에서 필라멘트로 용융 방사하는 단계, (c) 필라멘트를 급랭하는 단계, (d) 급랭된 필라멘트를 연신하는 단계, (e) 연신된 필라멘트를, 기계적 권축기를 사용하여 3 내지 12 권축/cm (8 내지 30 권축/인치)의 권축 수준으로 권축하는 단계, (f) 권축된 필라멘트를 50 내지 120℃의 온도에서 이완(relax)시키는 단계, 및 (g) 이완된 필라멘트를 바람직하게는 길이가 0.5 내지 15 cm (0.2 내지 6 인치)인 스테이플 섬유로 절단하는 단계를 포함한다. 이러한 공정의 바람직한 일 실시 형태에서, 연신된 필라멘트는 권축 전에 85 내지 115℃에서 어닐링(anneal)된다. 바람직하게는, 어닐링은 가열된 롤러를 사용하여 장력 하에 실시된다. 다른 바람직한 일 실시 형태에서, 연신된 필라멘트는 권축 전에 어닐링되지 않는다. 스테이플 섬유는 텍스타일 얇 및 텍스타일 천 또는 부직포를 제조하는 데 유용하며, 인조 섬유섬(fiberfill) 용도 및 카펫 제조에 또한 사용될 수 있다.
- [0069] 본 발명은 주로 멀티필라멘트사에 관하여 기재되었지만, 본 명세서에 기재된 선호 사항이 모노필라멘트에도 적용가능하다는 것을 이해해야 한다.
- [0070] 필라멘트는 원형이거나, 다른 형상, 예를 들어, 팔엽형(octalobal), 삼각주형(delta), 태양형(솔(sol)로도 알려짐), 부채꼴 타원형(scalloped oval), 삼엽형(trilobal), 테트라 채널형(쿼트라 채널형으로도 알려짐), 부채꼴 리본형(scalloped ribbon), 리본형, 별형(starburst) 등을 가질 수 있다. 이들 필라멘트는 중실형, 중공형 또는 다중 중공형일 수 있다.
- [0071] 다른 태양에서, 본 발명은, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌을 포함하는 조성물 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을 포함하는 필라멘트를 포함하는 천을 제공하는데, 여기서 상기 필라멘트는 필라멘트당 데니어가 3 이하이고 데니어 변동 계수가 2.5% 이하이고 복굴절률이 0.055 이상인 것을 특징으로 한다. 일 실시 형태에서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)이다.
- [0072] 일 실시 형태에서, 필라멘트는 얇으로 번들화되며, 천은 직포이다. 대안적인 실시 형태에서, 필라멘트는 적어도 하나의 얇으로 번들화되며, 천은 편포이다. 또 다른 실시 형태에서, 천은 부직포이며; 추가의 실시 형태에서 부직포는 스핀본딩된 천이다.
- [0073] 하나의 정의에서, 부직포는 직조되지도 않고 편직되지도 않은 천이다. 직조 및 편직 구조물은 인터레이싱 (직물) 또는 루핑 (편물) 중 어느 하나에 의해 생성되는 인터로킹(interlocking) 얇들의 규칙적 패턴을 특징으로 한다. 두 경우 모두에, 얇들은 규칙적 패턴을 따르는데, 이러한 규칙적 패턴은 천의 한쪽 면으로부터 다른 쪽 후면으로, 다시 계속 반복하여 이들 얇을 취한다. 직포 또는 편포의 완전성(integrity)은 천 그 자체의 구조에 의해 생성된다.
- [0074] 부직물에서는, 가장 일반적으로 필라멘트들이 랜덤 패턴으로 레잉다운(lay down)되고, 기계적 수단보다는 오히려 화학적 또는 열적 수단에 의해 서로 접합된다. 그러한 수단에 의해 생성되는 부직물의 하나의 구매가능한 예로는 듀폰 컴퍼니(DuPont Company)로부터 입수가 가능한 손타라(Sontara)(등록상표) 스핀본딩된 폴리에스테르(Spun-Bonded Polyester)가 있다. 일부의 경우, 부직물은, 포퍼(Popper) 등의 미국 특허 제6,579,815호에 기재된 바와 같이, 인터레이싱 또는 루핑을 포함하지 않고 섬유들이 한쪽 면으로부터 다른 쪽 면으로 교대하지 않는 복잡한 3차원 토폴로지 어레이(topological array)로 섬유의 층들을 레잉다운함으로써 제조될 수 있다.
- [0075] 직포는 서로에 대하여 직각으로 인터레이싱된 복수의 얇으로 만들어진다. 천의 길이 방향에 평행한 얇은 "경사"로 불리며, 그 방향에 대하여 직교하는 얇은 "씨실" 또는 "위사"로 불린다. 각각의 경사는 "엔드"(end)

로 불린다. 임의의 천 또는 의류 상점에서 볼 수 있는 바와 같이, 미관의 큰 변화는 얀이 인터레이싱되는 구체적인 방식, 얀의 데니어, 얀 그 자체의 축각적 미관 및 시각적 미관 둘 모두, 얀 밀도, 및 위사에 대한 경사의 비의 변화에 의해 달성될 수 있다. 대체로, 직포의 구조는 천에 어느 정도의 강성(rigidity)을 부여하며; 직포는 일반적으로 편포만큼 많이 신장되지는 않는다.

[0076] 본 발명의 직포에서, 경사의 적어도 일부는 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌을 포함하는 조성물 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을 포함하는 필라멘트를 포함하는 얀을 포함하며, 여기서 상기 필라멘트는 필라멘트당 데니어가 3 이하이고 데니어 변동 계수가 2.5% 이하이고 복굴절률이 0.055 이상인 것을 특징으로 한다. 일 실시 형태에서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)이다.

[0077] 일 실시 형태에서, 경사 및 위사 둘 모두는 본 발명의 필라멘트를 포함하는 얀을 포함한다. 일 실시 형태에서, 경사는 본 발명의 필라멘트를 포함하는 얀을 개수 기준으로 40% 이상, 그리고 면사를 개수 기준으로 40% 이상 포함한다. 일 실시 형태에서, 경사는 본 발명의 필라멘트를 포함하는 얀을 개수 기준으로 80% 이상 포함하며, 위사는 면사를 80% 이상 포함한다. 대체로, 위사보다는 경사에 대해 부과되는 물리적 요구가 더 크다.

[0078] 직포는 수천 년 동안 그래 왔듯이 직기에서 제작된다. 직기는 수많은 변화를 겪어왔지만, 기본적인 작동 원리는 여전히 동일하다. 도 3a는 측면도로 나타낸, 직기의 일 실시 형태의 개략도이다. 복수의, 흔히 수백 개의 평행한 경사(32)로 구성된 경사 빔(beam; 31)이 직기 공급물(loom feed)로서 위치된다. 경사 빔(31)은 도 3b에서 정면도로 나타나있다. 도 3a에는 2개의 하니스(harness) 직기가 나타나있다. 각각의 하니스(34a, 34b)는 복수의, 흔히 수백 개의 소위 "헤들"(heddle)을 유지하는 프레임이다. 하니스(34)의 정면 확대도를 나타내는 도 3c를 참조하면, 각각의 헤들(311)은 구멍(312)을 그 내부에 갖는 수직 와이어이다. 이들 하니스는 상하로 움직이도록 배치되는데, 하나는 위로 움직이는 반면 다른 하나는 아래로 움직인다. 경사의 일부(33a)는 상부 하니스(34a)의 헤들(311) 내의 구멍(312)을 통하여 스레딩되는 반면에 경사의 다른 일부(33b)는 하부 하니스(34b)의 헤들 내의 구멍을 통하여 스레딩되며, 그에 의해 경사들(33a, 33b) 사이의 겹을 개방한다. 도시된 유형의 직기에서는, 하니스가 상하로 움직임에 따라, 셔틀콕(shuttlecock; 36)이 도시되지 않은 수단 - 전형적으로 목재 패들 - 에 의해 좌우로 움직이거나 또는 셔틀링하도록 추진된다. 셔틀콕은 위사(37)의 보빈(bobbin)을 지니는데, 이 위사는 경사들 내의 겹을 통해 셔틀콕이 움직임에 따라 풀린다. 소위 "바디"(reed) 또는 "배튼"(batten) (35)은 일련의 수직 와이어 - 이들 사이로 경사들이 자유롭게 지나감 - 을 유지하는 프레임이다. 도 3d는 수직 와이어(313) 및 상기 와이어들 사이의 공간(314) - 그 사이를 경사가 통과함 - 을 도시하는 정면도로 바디(35)를 나타낸다. 수직 와이어(314)의 두께는 천 횡단 방향(crossfabric direction)에서의 경사의 간격 및 그에 따른 경사의 밀도를 결정한다. 바디는 새로 삽입된 위사를 도면의 우측으로 밀어내어 형성 중인 천(38) 내의 소정 위치로 들어가게 하는 역할을 한다. 천은 천 빔(310) 상에 감긴다. 롤(39)은 가이드 롤이다.

[0079] 경사 빔의 권취(winding)는, 전형적으로 원하는 개수의 경사와 동일한 개수의 얀 패키지 또는 스푼(spool)이 소위 크릴(creel) 상에 장착되고 각각의 경사가 일련의 정밀 가이드 및 인장기(tensioner)를 통하여 경사 빔 상에 공급되고 이어서 전체 경사 빔이 한 번에 감기는 정밀한 작업이다.

[0080] 제조되는 직포의 유형은 인터레이싱의 특정 패턴, 위사에 대한 경사의 비에 의해 결정된다. 기본 패턴에는 편직, 능직, 및 주자직이 포함된다. 다수의 기타, 더 장식적인 직조 패턴이 또한 공지되어 있다.

[0081] 편직은 하나 이상의 얀의 인터루핑(interlooping)에 의해 천을 제조하는 공정이다. 편물(knit)은 직물(woven)보다 신축성 및 탄력성이 더 큰 경향이 있다. 편물은 직물보다 내구성이 더 적은 경향이 있다. 직물의 경우에서와 같이, 다수의 편물 패턴 및 편직 스타일이 있다. 본 발명에 따르면, 일 실시 형태에서, 본 발명의 천은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌을 포함하는 조성물 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을 포함하는 필라멘트를 포함하는 얀을 포함하는 편포이며, 여기서 상기 필라멘트는 필라멘트당 데니어가 3 이하이고 데니어 변동 계수가 2.5% 이하이고 복굴절률이 0.055 이상인 것을 특징으로 한다. 일 실시 형태에서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)이다.

[0082] 본 발명의 천으로부터 봉제된 의복이 본 발명에서 또한 고려된다. 본 발명의 의복은, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 0.1 내지 3 중량%의 폴리스티렌을 포함하는 조성물 - 상기 중량%는 조성물 중 중합체의 총 중량을 기준으로 함 - 을 포함하는 필라멘트를 포함하는 얀을 포함하는 천을 포함하며, 여기서 상기 필라멘트는 필라멘트당 데니어가 3 이하이고 데니어 변동 계수가 2.5% 이하이고 복굴절률이 0.055 이상인 것을 특징으로 한다. 일 실시 형태에서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)이다.

- [0083] 천으로부터 의복을 제작하는 것은 본 기술 분야에 매우 잘 알려져 있다. 천으로부터의 의복의 제조는, 일반적으로 종이로부터의 또는 자동화 공정을 위한 전산화된 형태의 패턴의 제조, 필요한 천 조각의 재단, 필요한 조각의 준비를 위한 천의 절단, 및 그 후 조각들을 패턴에 따라 함께 봉제하는 것을 포함한다. 의복은 배타적으로 하나 이상의 스타일의 본 발명의 천으로 제조될 수 있다. 대안적으로, 의복은 하나 이상의 스타일의 본 발명의 천과 다른 천을 조합하여 제조될 수 있다.
- [0084] 본 발명은 하기 특정 실시 형태에 추가로 설명되지만, 이로 제한되지는 않는다.
- [0085] 실시예
- [0086] 시험 방법
- [0087] 고유 점도
- [0088] PTT의 고유 점도(IV)는 비스코텍 강제 유동 비스코미터(Viscotek Forced Flow Viscometer) Y900 (미국 텍사스 주 휴스턴 소재의 비스코텍 코포레이션(Viscotek Corporation))을 사용하여 결정하였다. ASTM D-5225-92의 절차에 따라, 19℃에서 트라이플루오로아세트산과 메틸렌 클로라이드의 50/50 중량% 용매 혼합물 중에 PTT의 0.4 g/dl 용액을 형성하고, 점도를 결정하였다. 이러한 측정된 IV 값을, ASTM D 4603-96에 따라 60/40 중량% 페놀/1,1,2,2-테트라클로로에탄 중에서 수동으로 측정한 IV 값과 서로 연관되었다.
- [0089] 수평균 분자량
- [0090] 폴리스티렌의 수평균 분자량을 ASTM D 5296-97에 따라 결정하였다. 보정 표준물이 M_w 44,000의 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 및 헥사플루오로아이스프로판올 용매인 점을 제외하고는, 동일한 방법을 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)에 대해 사용하였다.
- [0091] 강도 및 파단 신율
- [0092] 인스트론 코포레이션(Instron Corp.) 인장 시험기, 모델 번호 1122를 사용하여, 필라멘트 및 얇은 물리적 특성을 측정하였다. 더욱 구체적으로, 파단 신율, E_b , 및 강도를 ASTM D-2256에 따라 측정하였다.
- [0093] 결과에 대한 방사 캠페인(spinning campaign) 및 방사 기계의 영향
- [0094] 4가지 개별 캠페인으로 섬유 방사를 수행하였다. 하기에 더욱 상세하게 기재된 바와 같이, 캠페인 #1, #3 및 #4는 방사 기계 #2에서 실행하였으며, 반면에 캠페인 #2는 방사 기계 #1에서 실행하였다.
- [0095] 방사 기계 #1로부터 얻은 결과는 표 4 및 도 5에 나타난 바와 같이 산재되었으며, 확정적인 것으로 여겨지지 않는다. 특히, 데니어 변동 계수는 본 발명에서 특정된 바와 같은 한도보다 높았으며, 제1 고테트의 온도에 따라 체계적으로 변화하지 않는 것으로 보였다.
- [0096] 도 5는 데니어 CV 대 제1 고테트 온도를 나타내는 그래프이며, 여기서는, 캠페인 #1, #3 및 #4로부터 얻어지는 데이터 모두를 함께 합하여 다이아몬드형으로 플롯하였으며, 캠페인 #2로부터 얻어지는 데이터는 삼각형을 사용하여 그래프로 나타내었다. 하기에 표 3 내지 표 6에 나타난 바와 같이, 방사 기계 #2를 이용하는 3가지 캠페인에서 얻어지는 데이터 포인트(data point) 모두가 동일한 설정의 방사 조건을 사용하여 얻어진 것은 아니다. 그럼에도 불구하고, 도 5에 나타난 바와 같이, 다이아몬드형으로 나타낸, 방사 기계 #2로부터의 데이터는, 대략 75 내지 85℃ 범위의 제1 고테트 온도가 데니어 CV의 최소값에 상응하였다는 분명한 경향을 나타내었다. 유사한 경향이 캠페인 #2의 데이터에서는 관찰되지 않았다.
- [0097] 데니어 변동 계수는 단거리 데니어 변동성의 척도이며, 이는 결국 용융 방사 공정의 안정성을 나타낸다. 방사 조성물이 불안정성을 야기하기 때문에 용융 방사 공정이 불안정할 수 있다. 기계가 불안정하기 때문에 또한 용융 방사 공정이 불안정할 수 있다. 이 경우에 캠페인 #2로부터 생성되는 높은 데니어 CV는 기계 성능 및 설계의 아티팩트(artifact)였음이 도 5로부터 명백하다.
- [0098] 방사 기계 #1은 용융 방사를 달성하기에 가장 기본적인 장치만이 제공된 실험실에서 제조된 방사 기계(laboratory-built spinning machine)였다. 방사 기계 #1은 보통은 단지 실험 조성물이 섬유로 용융 방사가 가능한지 아닌지에 대한 가장 기본적인 정보를 얻는 데에만 사용하였다. 일정 혼란(scheduling mix-up) 때문에, 즉 캠페인 #2가 예정된 일자에 방사 기계 #2가 이용불가능하였기 때문에, 방사 기계 #1을 본 명세서의 캠페인 #2에 사용하였다. 방사 기계 #2는 파일럿 플랜트(pilot plant) 방사 라인이었다. 그에 대한 조건은 실물-크기(full-size)의 시판 규모 방사 라인으로 충분히 확장가능하였다. 이것은 본 발명의 특징이 되는 결과들의 차이

를 입증하기 위해 선택된 방사 라인이었다.

[0099] 도 4는 방사 기계 #2를 계약적으로 도시한다. 사일로 건조기(41)가 단축 압출기(42)에 건조된 수지 블렌드 펠릿을 중력 공급하였다. 단축 압출기(42)의 산출물(output)은 압력 하에 오버플로우 포트(44)가 구비된 기어 펌프(43)의 유입부(input)로 직접 공급된다. 기어 펌프의 산출물은 짧은 (수인치 길이) 이송 라인(45)을 통해, 6경사 방사 팩(six end spin pack; 46) - 그 중 4개의 경사가 사용됨 - 으로 공급된다. 4개의 스펀드라인(47; 하나가 도시됨)의 각각은 36-구멍 방사구(도시되지 않음)로부터 압출되었으며, 방사구의 각각의 구멍은 0.50 mm의 길이 및 0.27 mm 직경의 원형 단면을 특징으로 하였다. 각각의 스펀드라인(47)은, 캠페인 #1에서는 주위 공기가 한 쪽으로부터 다른 쪽으로 스펀드라인을 가로질러 유동하는, 길이가 대략 1.75 m인 횡류 급랭 공기 구역(48)을 통과하였고, 캠페인 #3 및 #4에서는 주위 공기가 스펀드라인 둘레에 방사상으로 유동하여 훨씬 더 균일한 필라멘트를 생성하는, 길이가 대략 1.75 m인 방사상 급랭 구역(48)을 통과하였다. 그렇게 급랭된 스펀드라인 각각을 피니시 롤(49)에 접촉시키고, 이어서, 제1 가열된 고데트(공급 롤; 410) 및 상응하는 제1 분리기 롤(411) 둘레에 6 내지 8회 감아서 스펀드라인들을 이격된 채로 유지하였다. 이어서, 스펀드라인은 인터레이스 제트(도시되지 않음)를 통해 제2 가열된 고데트(연신 롤; 412) 및 상응하는 제2 분리기 롤(413)로 향하며, 그로부터 권취기(414)로 향하였다. 역시 도시되지 않았지만, 각각의 고데트는 핫 체스트(hot chest)에 의해 부분적으로 둘러싸여 온도를 유지하였다. 압출기는 3개의 가열 구역과 유출부(output)에서의 헤드 구역을 구비한다.

[0100] 방사 기계 #1 및 방사 기계 #2는 도 4에 기재된 배치(layout)와 관련하여 실질적으로 동일하였다. 한 가지 차이점은 방사 기계 #1의 급랭 공기 굴뚝(quench air chimney)이 방사 기계 #2에서의 그의 대응물보다 훨씬 더 좁았다는 점이다.

[0101] 모든 실시예 및 비교예에서는, 각각의 조건 설정 하에 동시에 방사된 4개의 스펀드라인에 대한 평균 결과를 보고한다. 설정점 조건의 변화 후에는, 시험 샘플을 제조하기 전에 대략 45분 동안 가동시켜 방사 기계가 안정 상태(steady state)에 도달하게 하였다. 중합체의 조성을 변화시킨 경우에는, PS를 함유하지 않은 PTT로 방사 기계를 퍼징하였다. 방사구를 교환한 경우에는, 방사 실험들 사이에 기계를 퍼징하였다.

[0102] 중합체 블렌드의 제조

[0103] 건조된 PTT와 PS를 30 mm T/S 압출기에 함께 공급하여, PTT 중 PS (0.8 및 0.55 중량%)의 샘플을 제조하였다. 소로나(Sorona)(등록상표) 세미-덜(Semi-Dull) PTT 수지 펠릿 (1.02 IV, 미국 델라웨어주 월밍턴 소재의 듀폰 컴퍼니로부터 입수가 가능함) 폴리트라이메틸렌 테레프탈레이트를 표 1에 나타난 양으로 폴리스티렌 (168 M KG 2, 바스프로부터 입수가 가능함) 펠릿과 조합하였다. PTT는 사용 전에 14시간 동안 120℃에서 질소 퍼지(nitrogen purge)를 사용하여 진공 오븐 내에서 건조하였다. 2가지 중합체를 개별적으로 베르너 앤드 플라이더러(Werner & Pfleiderer) ZSK-30 역방향 회전 이축 압출기의 제4 배럴 섹션으로 연속 정량 공급하였다. 사용된 공급 속도는 시간당 파운드 (pph) 단위로 표 1에 나타나 있다. 압출기는 13개의 배럴 섹션이 2개의 혼련 구역 및 3개의 수송 섹션과 함께 교대 배열로 배열된 30 mm 직경의 배럴을 가졌으며, 압출기는 L/D 비가 32였다. 각각의 배럴 섹션은 독립적으로 가열하였다. 섹션 1 내지 섹션 4는 25℃로 설정하였으며, 섹션 5 내지 섹션 13은 210℃로 설정하였으며, 0.48 cm (3/16") 스트랜드 다이는 또한 210℃로 설정하였다. 진공을 배럴 세그먼트(8)에 적용하였다. 표 1은 또한 공급물의 조성, 산출 속도 및 용융물 온도를 나타낸다. 다이를 빠져나간 직후에 압출물을 물에서 급랭하였으며, 이어서 표준 펠릿화 장비를 사용하여 0.32 cm (1/8") 펠릿으로 펠릿화하였다.

표 1

중합체 블렌드 번호	조성 (% PS)	PS 설정 공급 속도 (pph)	PTT 설정 공급 속도 (pph)	산출 속도 (pph)	용융물 온도 (℃)
1	0.80	0.32	39.68	40.00	260
2	0.55	0.22	39.78	40.00	260

[0104]

[0105] 용융 방사

[0106] 하기에 기재된 바와 같은 4가지 개별적인 방사 캠페인에서 섬유의 용융 방사를 행하였다. 표 2는 각각의 캠페인 동안 일정하게 유지된 방사 파라미터를 나타낸다.

표 2

캠페인에 따른 고정된 방사 파라미터

캠페인 번호:	1	2	3	4
방사 기계	2	1	2	2
[PS]	변수	0.80	0.80	0.80
모세관 직경 (mm)	0.27	변수	0.27	0.27
중합체 유량 (g/min)	37.5	37.5	변수	37.5
급랭	횡류	횡류	방사상	방사상
제 2 고데트 속도 (rpm)	4500	4500	변수	4500
제 2 고데트 온도 (°C)	110	110	110	110

[0107]

[0108]

캠페인 #1 - 방사 기계 #2

[0109]

그렇게 제조된 PTT/PS 블렌드의 용융 배합된 펠릿을 건조 사일로에서 하룻밤 140℃에서 건조하여 수분 함량을 50 ppm 미만으로 감소시켰다. 건조된 용융 블렌드를 방사 기계 #2의, 도 4에서, 상기에 기재된 단축 압출기로 중력 공급하였다. 구역 1 내지 3에서의 압출기 설정점은, °C 단위로, 각각 230/255/263이었다. 압출기 산출물을 기어 펌프를 통해 방사 팩에 용융 공급하였다. 방사 팩에는 6개의 방사 위치가 제공되었으며, 그 중 4개에는 방사구가 제공되었고, 각각의 방사구는 36개의 구멍을 가졌으며, 각각의 구멍은 직경이 0.27 mm이고 길이가 0.5 mm이었고, 원형 단면을 가졌다. 그렇게 생성된 각각의 얇은 75 데니어의 36 필라멘트사였다. 제1 고데트 롤의 설정이 표 3에 나타나있다. 제2 고데트 롤은 110℃ 및 4500 rpm에서 유지되었음을 참고한다. 급랭 공기는 공기 속도가 0.35 cm/s인 횡류 급랭이었다.

[0110]

이후의 프로토콜(protocol)은 다음과 같았다: 제2 고데트 롤(연신 롤)을 4500 m/min 및 110℃로 설정하였고, 실험 도중에 변경하지 않았다. 이어서, 60℃에서 설정된 제1 고데트 롤(공급 롤)을 사용하여 실험을 행하였고, 파단 신율이 55 내지 65%의 범위로 조정될 때 최고 강도를 야기하는 연신비를 확인하기 위해서 속도를 변화시켰다. 중합체 블렌드 #2 (0.055% PS)의 경우, 파단 신율이 원하는 범위 이내일 때 (즉, 공급 롤이 2150 m/min로 설정될 때) 최고 강도를 야기하는 연신비는 2.09인 것으로 나타났다. 이어서, 85 및 110℃의 추가적인 공급 롤 온도에서 방사를 계속하였다. 중합체 블렌드 #1 (0.8% PS)에 대해 동일한 절차를 따랐으며; 파단 신율이 원하는 범위 이내일 때 (즉, 공급 롤 속도가 1900 m/min일 때) 최고 강도를 야기하는 연신비는 2.37인 것으로 나타났다.

[0111]

결과는 표 3에 나타나 있다.

표 3

캠페인 #1의 결과

예	PS 농도 (중량%)	G1 속도 (m/min)	G1 온도 (°C)	연신비 (G2/G1)	DPF (g/9000m)	테니어 CV (%)
비교예 A	0.80	2150	60	2.09	2.0	3.50
비교예 B	0.80	1900	60	2.37	2.0	3.19
비교예 C	0.80	1750	60	2.57	2.1	3.01
실시예 1	0.80	1900	85	2.37	2.0	1.78
실시예 2	0.80	1900	110	2.37	2.0	2.02
비교예 D	0.55	2300	60	1.96	2.1	2.71
비교예 E	0.55	2150	60	2.09	2.1	3.83
실시예 3	0.55	2150	85	2.09	2.1	2.07
실시예 4	0.55	2150	110	2.09	2.0	2.69

[0112]

[0113] 캠페인 #2 - 방사 기계 #1

[0114] 상기한 블렌드 #1에서와 동일한 PTT 중 0.80 중량%의 새로운 용융 블렌드. 그렇게 제조된 PTT/PS 블렌드의 용융 배합된 펠릿을 건조 사이로에서 하룻밤 140℃에서 건조하여 수분 함량을 50 ppm 미만으로 감소시켰다. 건조된 용융 블렌드 펠릿을 방사 기계 #1의, 도 4에서 상기에 기재된 단축 압출기로 중력 공급하였다. 구역 1 내지 3에서의 압출기 설정점은℃ 단위로, 각각 230/255/263이었다. 압출기 산출물을 기어 펌프를 통해 방사 팩에 용융 공급하였다. 방사 팩에는 6개의 방사 위치가 제공되었으며, 그 중 4개에는 방사구가 제공되었고, 각각의 방사구는 36개의 구멍을 가졌으며, 각각의 구멍은 직경이 0.27 mm이고 길이가 0.5 mm이었고, 원형 단면을 가졌다. 그렇게 생성된 각각의 얇은 75 테니어의 36 필라멘트사였다. 제1 고데트 롤의 설정이 표 4에 나타나있다. 제2 고데트 롤은 110℃ 및 4500 rpm에서 유지되었음을 참고한다. 급랭 공기는 공기 속도가 0.35 cm/s인 횡류 급랭이었다.

[0115] 이후의 프로토콜은 다음과 같았다: 제2 고데트 롤(연신 롤)을 4500 m/min 및 110℃로 설정하였고, 실험 도중에 변경하지 않았다. 이어서, 60℃에서 설정된 제1 고데트 롤(공급 롤)을 사용하여 실험을 행하였고, 파단 신율이 55 내지 65%의 범위로 조정될 때 최고 강도를 야기하는 연신비를 확인하기 위해서 속도를 변화시켰다. 후속된 중합체 블렌드 #1 (0.8% PS)에 대해서는 파단 신율이 원하는 범위 이내일 때 (즉, 제1 고데트 롤 속도가 1900 m/min일 때) 최고 강도를 야기하는 연신비가 2.37인 것으로 나타났다.

[0116] 실시예 5 및 실시예 6은 직경이 0.27 mm인 방사구 오리피스스를 사용하여 수행하였다. 실시예 7 및 실시예 8은 직경이 0.32 mm인 방사구 오리피스스를 사용하여 수행하였다. 기타 방사 조건이 표 2 및 표 4에 나타나있다. 결과는 표 4에 나타나 있다.

표 4

캠페인 #2의 결과

예	모세관 직경 (mm)	G1 속도 (m/min)	G1 온도 (℃)	연신비 (G2/G1)	DPF (g/9000m)	테니어 CV (%)
비교예 F	0.27	2150	60	2.09	2.1	2.80
비교예 G	0.27	1900	60	2.37	2.1	2.82
비교예 H	0.27	1750	60	2.57	2.1	2.79
실시예 5	0.27	1900	73	2.37	2.1	3.11
실시예 6	0.27	1900	85	2.37	2.1	2.74
비교예 I	0.32	2150	60	2.09	2.0	2.62
비교예 J	0.32	1900	60	2.37	2.1	2.79
비교예 K	0.32	1750	60	2.57	2.1	2.88
실시예 7	0.32	1900	73	2.37	2.1	3.39
실시예 8	0.32	1900	85	2.37	2.1	3.06

[0117]

[0118] 캠페인 #3 - 방사 기계 #2

[0119] 캠페인 #2에서 사용되는 것과 동일한 배치의, 0.80 중량% PS를 함유하는 PS/PTT를 이용하였다.

[0120] 이들 예에서는 75 테니어/36 필라멘트사를 방사하였고 급랭이 방사상 급랭인 점을 제외하고는, 상기 캠페인 #1에 대해 기재된 것과 동일한 방사 기계 절차 및 설정을 사용하여 용융 방사를 달성하였다. 방사 조건이 표 3 및 표 5에 나타나있다. 마찬가지로 압출기 가열 구역은 각각 230/255/263℃로 설정하였다. 방사구 직경은 0.27 mm였다. 유량은 37.5 g/min으로 제어하였다. 결과는 표 5에 나타나있다.

표 5

캠페인 #3의 결과

예	G1 속도 (m/min)	G1 온도 (℃)	연신비 (G2/G1)	DPF (g/9000m)	테니어 CV (%)
비교예 L	1550	60	2.90	2.0	4.27
비교예 M	1450	60	3.10	2.1	3.04
비교예 N	1350	60	3.33	2.1	2.32
실시예 14	1450	73	3.10	2.1	2.45
실시예 15	1350	73	3.33	2.1	1.64
실시예 16	1450	85	3.10	2.1	1.90
실시예 17	1350	85	3.33	2.1	1.72
실시예 18	1350	100	3.33	2.1	2.15

[0121]

[0122]

캠페인 #4 - 방사 기계 #2

[0123]

상기에 기재된 블렌드 #2에서와 동일한 방식으로 PTT 중 0.8% PS의 제3 블렌드를 제조하였다.

[0124]

이들 예에서는 75 테니어/72 필라멘트사를 방사한 점을 제외하고는, 상기 캠페인 #3에 대해 기재된 것과 동일한 방사 기계 절차 및 설정을 사용하여 용융 방사를 달성하였다. 방사 조건이 표 3 및 표 6에 나타나있다. 마찬가지로 압출기 가열 구역은 각각 230/255/263℃로 설정하였다. 방사구 직경은 0.27 mm였다. 실시예 12 및 실시예 13에서 언급된 것을 제외하고는 유량을 37.5 g/min으로 제어하였다. 결과가 표 6에 나타나있다.

표 6

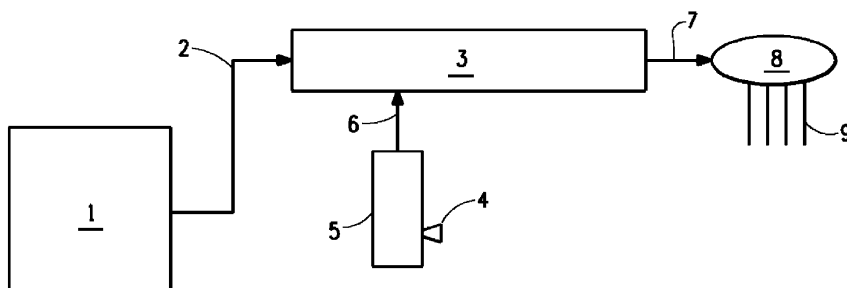
캠페인 #4의 결과

예	유량 (g/min)	G1 속도 (m/min)	G1 온도 (℃)	G2 속도 (m/min)	연신비 (G2/G1)	DPF (g/9000m)	테니어 CV (%)
실시예 9	37.5	1550	73	4500	2.90	1.1	1.73
실시예 10	37.5	1550	79	4500	2.90	1.0	1.69
실시예 11	37.5	1550	85	4500	2.90	1.0	1.83
실시예 12	35.4	1400	79	4250	3.04	1.0	1.55
실시예 13	39.6	1750	79	4750	2.71	1.0	1.84

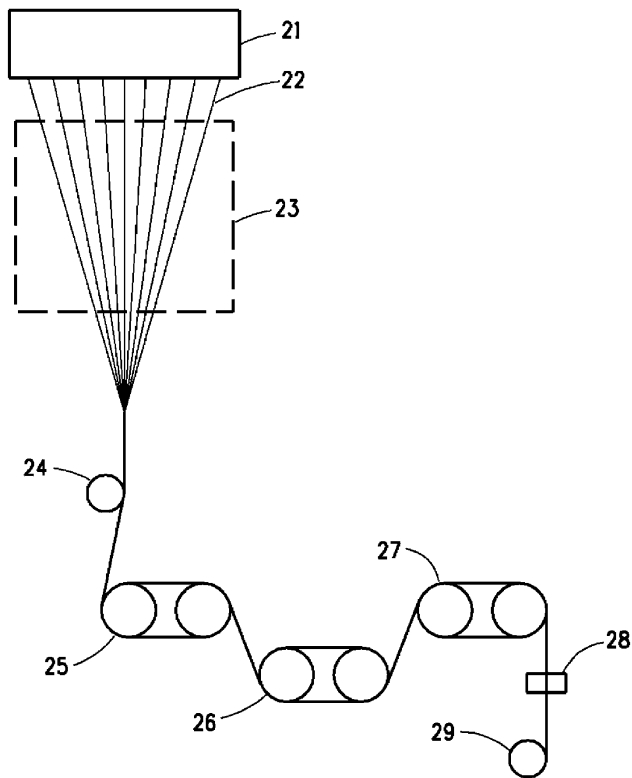
[0125]

도면

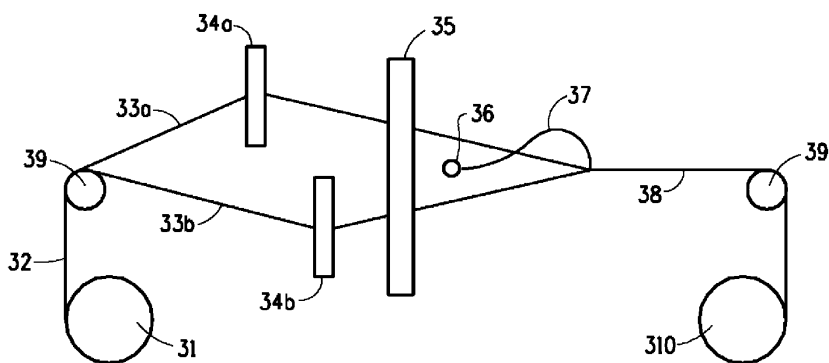
도면1



도면2



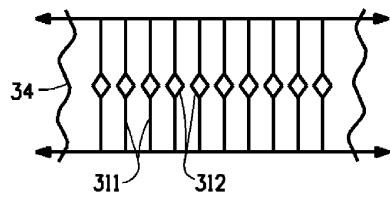
도면3a



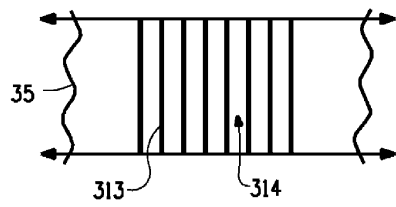
도면3b



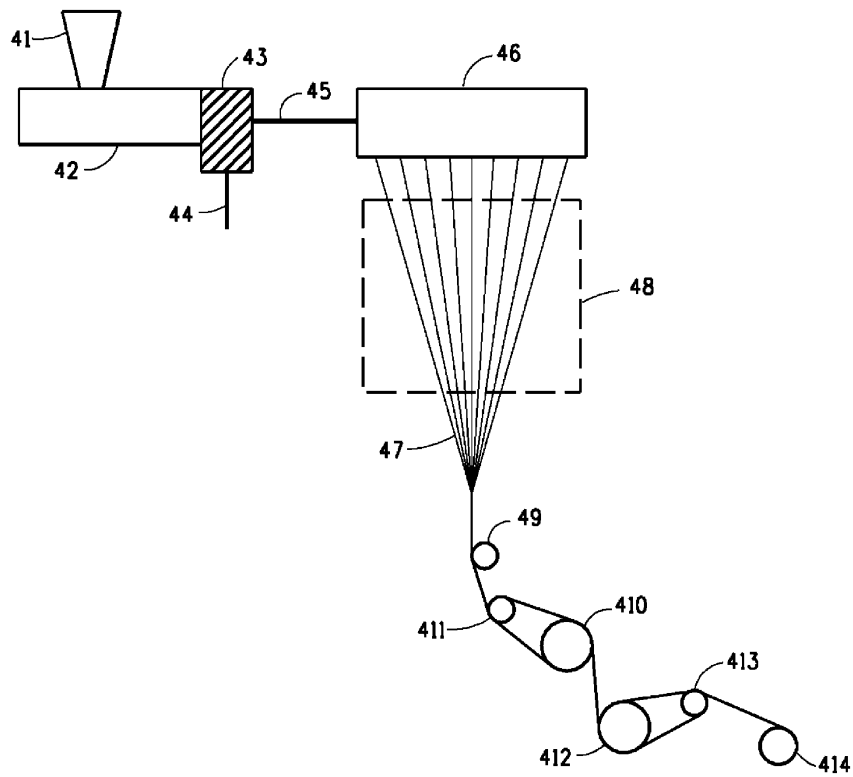
도면3c



도면3d



도면4



도면5

