	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2012-0065356 (43) 공개일자 2012년06월20일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C08L 67/02 (2006.01) C08L 25/04 (2006.01) D01F 6/92 (2006.01) C08J 5/18 (2006.01)		(71) 출원인 이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니 미합중국 델라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시 마아캣트 스트리트 1007
(21) 출원번호 10-2012-7007014	(22) 출원일자(국제) 2010년08월20일 심사청구일자 없음	(72) 발명자 베이츠, 더블유., 더글라스 미국 19802 델라웨어주 월밍톤 27쓰 스트리트 902 더블유. 도브릭, 브렛, 콜린 미국 19807 델라웨어주 월밍톤 세나토리얼 درا 이브 133 씨
(85) 번역문제출일자 2012년03월19일	(86) 국제출원번호 PCT/US2010/046128	(74) 대리인 김영, 양영준, 양영환
(87) 국제공개번호 WO 2011/022624 국제공개일자 2011년02월24일	(30) 우선권주장 61/235,399 2009년08월20일 미국(US)	

전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)/폴리스티렌 조성물 및 제조 방법

(57) 요약

본 발명은, 섬유, 필름, 및 성형 구조물과 같은 형상화된 용품의 제조시에 유용한, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트), 특히 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트), 및 폴리스티렌의 조성물에 관한 것이다. 본 발명은 섬유 방사 조성물의 경제적인 제조시에 PTT 회석제와 배합하기 위한 조성물인 마스터배치 - 이는 또한 농축물로도 알려짐 - 로서 유용하다.

특허청구의 범위

청구항 1

폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 15 중량% 내지 40 중량%의 폴리스티렌 - 총 중합체 중량을 기준으로 함 - 을 포함하는 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 폴리스티렌은 평균 크기가 500 나노미터 미만인 입자의 형태인, 고체 형태의 조성물.

청구항 3

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

청구항 4

제1항에 있어서, 폴리스티렌은 농도가 20 중량% 내지 30 중량%인 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서, 폴리스티렌은 단일중합체인 조성물.

청구항 6

제2항에 있어서, 폴리스티렌은 농도가 20 내지 30%인 폴리스티렌 단일중합체이고; 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 98 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 단량체 단위를 포함하는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)인 조성물.

청구항 7

폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와, 총 중합체 중량을 기준으로 15 중량% 내지 40 중량%의 폴리스티렌을 배합하는 단계와; 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와 폴리스티렌을 용융시키는 단계와; 용융된 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와 폴리스티렌을 고전단 용융 혼합기 내에서 용융 블렌딩하여 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 및 그 중에 분산된 폴리스티렌을 포함하는 용융 조성물을 제공하는 단계를 포함하는 방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)인 방법.

청구항 9

제7항에 있어서, 폴리스티렌은 농도가 20 중량% 내지 30 중량%인 방법.

청구항 10

제8항에 있어서, 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)는 고유 점도가 0.90 내지 1.2 dl/g의 범위인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 11

제7항에 있어서, 폴리스티렌은 폴리스티렌 단일중합체인 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 폴리스티렌 단일중합체는 수평균 분자량이 75,000 내지 200,000 Da의 범위인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 13

제7항에 있어서, 폴리스티렌은 농도가 20 내지 30%인 폴리스티렌 단일중합체이고 수평균 분자량이 75,000 내지 200,000 Da인 것을 특징으로 하고; 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 98 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프

탈레이트 단량체 단위를 포함하고 고유 점도가 0.90 내지 1.2 dl/g의 범위인 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)인 방법.

청구항 14

제7항에 있어서, 연속 공정인 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 출원은 2009년 8월 20일자로 출원된 미국 가특허 출원 제61/235399호의 이득을 주장하며, 이 출원은 본 명세서에 참고로 포함된다. 또한, 본 출원은 본 출원인에 의해 CL4791로 지정되고 발명의 명칭이 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)/폴리스티렌 블렌드의 필름"(Films of Poly(trimethylene arylate)/Polystyrene Blends)인 2009년 8월 20일자 미국 가특허 출원 제61/235405호, 및 본 출원인에 의해 CL4697로 지정되고 발명의 명칭이 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)의 형상화된 용품을 제조하기 위한 마스터배치 방법"(Masterbatch Process for Producing Shaped Articles of Poly(trimethylene arylate))인 2009년 8월 20일자 미국 가특허 출원 제61/235403호와 관련되어 있다.

[0002] 본 발명은 섬유, 필름, 및 성형 구조물과 같은 형상화된 용품의 제조시에 유용한, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트), 특히 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리스티렌을 포함하는 중합체 블렌드에 관한 것이다. 본 발명은 또한 섬유, 필름 및 성형 구조물의 제조시 마스터배치의 용도에 관한 것이다.

배경기술

[0003] 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) - 이는 또한 폴리(프로필렌 테레프탈레이트), 또는 덜 공식적으로는 "3GT" 중합체로도 알려짐 - 는 당업계에 잘 알려져 있다. 그 특성 및 제조 방법은 문헌[Chuah, The Encyclopedia of Polymer Science, on-line, DOI 10.1002/0471440264.pst292]에 기재되어 있다.

[0004] 제이.씨. 창(J.C. Chang) 등의 미국 특허 제6,923,925호는, 폴리(트라이메틸렌 다이카르복실레이트), 특히 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트), 가장 특별하게는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) (PTT)와, 폴리(트라이메틸렌 다이카르복실레이트) 중에 분산되고 PS 입자 크기가 2 마이크로미터(μm) 미만인 0.01 내지 10 중량%의 바람직하게는 고분자량의 폴리스티렌(PS)을 포함하는 조성물을 기재하며, 그 실시예는 총 중합체 중량을 기준으로 1 내지 2 중량%의 PS를 포함하는 PTT 조성물은 PS 없이 PTT로 달성가능한 것보다 상당히 더 높은 방사 속도에서 섬유로의 용융 방사가 가능함을 보여준다. 조성물이 제조된 방법은, 이축 압출기 내로 2개의 중합체의 펠릿(pellet)을 동시-공급(co-feed)하는 것에 의해서 또는 원하는 비율의 2개의 중합체의 펠릿의 소금-후추형 블렌드(salt and pepper blend)를 제조한 후 생성된 펠릿 혼합물을 이축 압출기 내로 공급하는 것에 의해서였다. 압출물을 스트랜드(strand)로서 압출하고 펠릿으로 초핑(chopping)하였다. 이어서, 이들 블렌드 펠릿을 방사 기계로 공급하여 섬유를 용융 방사하였다.

[0005] 미국 특허 제4,475,330호는 (a) 에틸렌 테레프탈레이트, 트라이메틸렌 테레프탈레이트 및 테트라메틸렌 테레프탈레이트로 이루어진 군으로부터 선택되는 둘 이상의 단량체들의 공중합체, 및/또는 (b) 에틸렌 테레프탈레이트, 트라이메틸렌 테레프탈레이트 및 테트라메틸렌 테레프탈레이트의 둘 이상의 중합체들의 블렌드로 본질적으로 이루어진 폴리에스테르 필라멘트로부터 제조된 폴리에스테르 멀티필라멘트사(multifilament yarn)를 개시하고 있다. 이 특허는 폴리에스테르와 3 내지 15%의 비결정질 중합체, 바람직하게는 스티렌 중합체 또는 메타크릴레이트 중합체의 블렌드를 기재하고 있다.

[0006] 앞서 언급된 창 등의 방법은 높은 방사 속도로 폴리(트라이메틸렌 다이카르복실레이트) 안(yarn), 특히 부분 배향사(partially oriented yarn)를 생성하기 위하여 개발되었다. 이 발명의 이점은 폴리(트라이메틸렌 다이카르복실레이트) 및 (PS)를 포함하는 블렌드를 사용하여 얻어졌다. 창 등의 방법의 상업적 규모의 운용의 달성은 몇 가지 문제를 제시할 수 있다. PS를 함유하는 PTT 생성물로부터 PS를 함유하지 않는 PTT 생성물로의 상업적 규모의 연속식 용융 중합기의 변화(transition)는 매우 비용이 많이 들 수 있을 것이다. 측류 압출기(side-stream extruder)의 사용 및 1% PS 조성물에 이르는 데 필요한 양으로의 PS의 공급은 필요한 작은 비율로 PS를 공급하도록 특별히 설계된 장비를 필요로 할 수 있을 것이다.

[0007] 본 발명의 마스터배치 기술 또는 농축물 기술은 섬유 방사의 현행 실무에 비하여 상당한 비용 절감을 나타낸다. 추가적으로, 본 발명의 조성물은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중합체의 섬유, 강인화된 성형 부품 및

필름의 제조시에 유용성을 갖는다.

발명의 내용

[0008] 일 태양에서, 본 발명은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중에 분산된 폴리스티렌 - 상기 폴리스티렌은 농도가 총 중합체 중량을 기준으로 15 중량% 내지 40 중량%임 - 을 포함하는 조성물을 제공한다.

[0009] 다른 태양에서, 본 발명은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와 총 중합체 중량을 기준으로 15 중량% 내지 40 중량%의 폴리스티렌을 배합하는 단계와, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와 폴리스티렌을 용융시키는 단계와, 이렇게 용융된 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와 폴리스티렌을 고전단 용융 혼합기 내에서 용융 블렌딩하여 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 및 그 중에 분산된 폴리스티렌을 포함하는 용융 조성물을 제공하는 단계를 포함하는 방법을 제공한다.

도면의 간단한 설명

[0010] <도 1>

도 1은 방사구(spinneret)에 용융물을 공급하는 일 실시 형태의 개략도.

<도 2>

도 2는 섬유 방사 공정의 일 실시 형태의 개략도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0011] 본 발명의 실시예에 적합한 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중합체에는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트), 폴리(트라이메틸렌 아이소프탈레이트), 폴리(트라이메틸렌 나프탈레이트), 및 그 혼합물 및 공중합체가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 일 실시 형태에서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) (PTT)이다.

[0012] 일 태양에서, 본 발명은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와 그 중에 분산된 폴리스티렌을 포함하는 조성물을 제공하며, 폴리스티렌은 농도가 총 중합체 중량을 기준으로 15 중량% 내지 40 중량%인 것으로 확인된다. 용어 "PS"는 폴리스티렌의 약어이다.

[0013] 이하에서, 용어 "PTT"는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)의 약어이고, 더 일반적인 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 대신에 사용될 것이다. 그러나, 본 명세서에 기재된 기술은 다른 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중합체에 용이하게 적용될 수 있으며, 본 발명은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 중합체를 포함하는 것으로 여겨진다. 용어 "PTT"는 70 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 포함하는 단일중합체 및 공중합체를 포함하는 것으로 의미된다.

[0014] 달리 기재되지 않는다면, 중합체 조성물은 중합체들의 총 중량을 기준으로 성분들의 중량%에 관해서 기재된다. 따라서, 조성물 내의 PS의 백분율은 중합체들 - 예를 들어, PTT, 및 본 발명의 조성물 내로 혼합될 수 있는 임의의 다른 추가의 중합체들을 포함함 - 의 총 중량의 백분율로서 표현된다.

[0015] 일정 범위의 수치 값이 제공될 때, 특별히 달리 언급되지 않는다면 그 범위의 종점(end-point)을 포함하는 것으로 이해될 것이다. 수치 값은 제공되는 유효 숫자의 개수의 정밀도(precision)를 가지는 것으로 이해되어야 한다. 예를 들어, 숫자 40은 35.0 내지 44.9의 범위를 포함하는 것으로 이해될 것이며, 반면에 숫자 40.0은 39.50 내지 40.49의 범위를 포함시킴이 이해될 것이다.

[0016] 본 발명의 목적상, 용어 "공중합체"는 이원공중합체뿐만 아니라 삼원공중합체, 사원공중합체 등을 포함하는 것으로 이해될 것이다.

[0017] 일 태양에서, 본 발명은 PTT와 그 중에 분산된 15 중량% 내지 40 중량%의 PS를 포함하는 조성물을 제공한다. 본 발명의 조성물에서, PTT는 연속상 또는 "매트릭스"(matrix)이며, PS는 PTT 매트릭스 중에 분산된 불연속상이다. 본 발명에 따라 고려되는 조성물은 용융된 조성물 및 고체 조성물, 그리고 이들 사이의 임의의 전이 상태를 포함한다. "이들 사이에"로 기재된 바와 같이, 일 실시 형태에서, PTT는 용융되고 PS는 용융된 액적으로서 PTT 매트릭스 중에 분산된다. 대안적인 실시 형태에서, PTT는 고체이고, PS는 고체 입자로서 PTT 매트릭스 중에 분산된다.

- [0018] 일 실시 형태에서, 조성물은 조성물 내의 총 중합체의 중량을 기준으로 50 내지 85 중량%의 PTT와 15 내지 40 중량%의 PS를 포함하며, 최대 30 중량%의 다른 폴리에스테르를 포함할 수 있다. 다른 폴리에스테르에는 폴리(에틸렌 테레프탈레이트), 폴리(부틸렌 테레프탈레이트), 및 폴리(에틸렌 나프탈레이트)가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 추가 실시 형태에서, 조성물은 50 내지 80%의 PTT 및 20 내지 30%의 PS, 그리고 최대 30%의 다른 폴리에스테르를 포함한다.
- [0019] 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 약 460 미만인 폴리(에틸렌 에테르) 글리콜 (다이에틸렌에테르 글리콜을 포함함)로 이루어진 군으로부터 선택된다. 공단량체는 전형적으로 약 0.5 내지 약 15 몰%의 범위의 수준으로 PTT 공중합체에 존재하며, 최대 30 몰%의 양으로 존재할 수 있다.
- [0020] PTT는 소량의 다른 공단량체를 함유할 수 있는데, 그러한 공단량체는 특성에 상당한 악영향을 미치지 않도록 보통 선택된다. 그러한 다른 공단량체에는, 예를 들어 약 0.2 내지 5 몰%의 범위의 수준으로 5-소듐-설포아 이소프탈레이트가 포함된다. 매우 소량의 3작용성 공단량체, 예를 들어 트라이멜리트산이 점도 조절을 위해 혼입될 수 있다. PTT는 최대 30 몰%의 다른 중합체와 블렌딩될 수 있다. 예로는 상기에 언급된 것들과 같은 다른 다이올로부터 제조된 폴리에스테르가 있다.
- [0021] 일 실시 형태에서, PTT는 85 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 포함한다. 추가 실시 형태에서, PTT는 90 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 포함한다. 또 다른 추가 실시 형태에서, PTT는 98 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 포함한다. 또 다른 추가 실시 형태에서, PTT는 100 몰%의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 포함한다.
- [0022] 일 실시 형태에서, 적합한 PTT는 고유 점도(IV)가 0.70 내지 2.0 dL/g의 범위인 것을 특징으로 한다. 추가 실시 형태에서, 적합한 PTT는 IV가 0.80 내지 1.5 dL/g의 범위인 것을 특징으로 한다. 또 다른 추가 실시 형태에서, 적합한 PTT는 IV가 0.90 내지 1.2 dL/g의 범위인 것을 특징으로 한다.
- [0023] 일 실시 형태에서, 적합한 PTT는 수평균 분자량(M_n)이 10,000 내지 40,000 Da의 범위인 것을 특징으로 한다. 추가 실시 형태에서, 적합한 PTT는 M_n 이 20,000 내지 25,000 Da의 범위인 것을 특징으로 한다.
- [0024] 일 실시 형태에서, 폴리스티렌은 폴리스티렌 단일중합체, α -메틸-폴리스티렌 및 스티렌-부타디엔 공중합체, 및 그 블렌드로 이루어진 군으로부터 선택된다. 일 실시 형태에서, 폴리스티렌은 폴리스티렌 단일중합체이다. 추가 실시 형태에서, 폴리스티렌 단일중합체는 M_n 이 5,000 내지 300,000 Da의 범위인 것을 특징으로 한다. 또 다른 추가 실시 형태에서, 폴리스티렌 단일중합체의 M_n 은 50,000 내지 200,000 Da의 범위이다. 또 다른 추가 실시 형태에서, 폴리스티렌 단일중합체의 M_n 은 75,000 내지 200,000 Da의 범위이다. 또 다른 추가 실시 형태에서, 폴리스티렌 단일중합체의 M_n 은 120,000 내지 150,000 Da의 범위이다. 유용한 폴리스티렌은 아이소택틱(isotactic), 어택틱(atactic), 또는 신디오택틱(syndiotactic)일 수 있다. 고분자량 어택틱 폴리스티렌이 바람직하다.
- [0025] 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.
- [0026] 본 발명의 다른 태양에서, PTT와 PS는 용융 블렌딩되고, 이어서 스트랜드의 형태로 압출되고, 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. 일 실시 형태에서, 펠릿은 이어서 재용융되고, 추가의 PTT로 희석되고, 필라멘트로 압출된다. 다른 실시 형태에서, 펠릿은 재용융되고, 희석하거나 희석하지 않고

서 필름으로 압출된다.

- [0027] 중합체 블렌드는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리스티렌을 포함한다. 일부 실시 형태에서, 블렌드 내에 단지 2개의 물질이 있을 것이며, 그들은 총 100 중량%일 것이다. 그러나, 많은 경우에, 블렌드는 상업적인 용도로 폴리에스테르 중합체 조성물 내에 일반적으로 포함되는 것과 같은 다른 성분을 가질 것이다. 그러한 첨가제에는 다른 중합체, 가소제, UV 흡수제, 난연제, 염료 등이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 따라서, 전체 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 및 폴리스티렌은 100 중량%가 되지 않을 것이다.
- [0028] 일 실시 형태에서, 조성물은 고체 형태인데, 여기서 폴리스티렌은 평균 크기가 500 나노미터 미만인 입자의 형태이며, 폴리스티렌은 농도가 20 내지 30%인 폴리스티렌 단일중합체이고; 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 98 몰% 이상의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 단량체 단위를 포함하는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)이다.
- [0029] 다른 태양에서, 본 발명은 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와 총 중합체 중량을 기준으로 15 중량% 내지 40 중량%의 폴리스티렌을 배합하는 단계와, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와 폴리스티렌을 용융시키는 단계와, 용융된 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)와 폴리스티렌을 고전단 용융 혼합기 내에서 용융 블렌딩하여 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트) 및 그 중에 분산된 폴리스티렌을 포함하는 용융 조성물을 제공하는 단계를 포함하는 방법을 제공한다. 폴리스티렌은 농도가 총 중합체 중량을 기준으로 15 중량% 내지 40 중량%이다.
- [0030] 본 발명의 방법의 일 실시 형태에서, 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 PTT이다.
- [0031] 본 발명의 방법의 일 실시 형태에서, PS는 농도가 20 중량% 내지 30 중량%이다.
- [0032] 본 발명의 방법의 일 실시 형태에서, PTT는 IV가 0.90 내지 1.2 dl/g의 범위인 것을 특징으로 한다.
- [0033] 본 발명의 방법의 일 실시 형태에서, PS는 PS 단일중합체이다.
- [0034] 본 발명의 방법의 추가 실시 형태에서, PS 단일중합체는 수평균 분자량이 75,000 내지 200,000 Da인 것을 특징으로 한다.
- [0035] 본 발명의 방법의 일 실시 형태에서, 폴리스티렌은 농도가 20 내지 30%인 폴리스티렌 단일중합체이고 수평균 분자량이 75,000 내지 200,000 Da인 것을 특징으로 하고; 폴리(트라이메틸렌 아릴레이트)는 98 몰%의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 단량체 단위를 포함하고 고유 점도가 0.90 내지 1.2 dl/g의 범위인 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)이다.
- [0036] PTT와 PS는 임의의 공지된 기술에 의해 용융 블렌딩될 수 있는데, 이러한 기술에는 예를 들어 동시-공급(co-fed) 이축 압출기에서와 같이 별개의 공급물들로부터 동시에 용융 및 혼합하는 단계를 포함하는 실시 형태 (a); 예를 들어 이축 압출기로 공급하기 전에 중합체들의 플레이크 또는 펠릿을 텀블 블렌딩(tumble blending)할 때와 같이 용융 블렌딩 전에 별개의 장치에서 용융되지 않은 중합체들을 예비-혼합하는 단계를 포함하는 실시 형태 (b), 또는 예를 들어 연속 용융 중합기로부터 용융된 형태의 PTT를 이축 압출기로 공급할 때와 그리고 위성 일축 또는 이축 압출기로부터의 용융된 형태의 PS를 이축 압출기로 공급할 때와 같이 각각의 중합체를 별개로 용융하고 이어서 용융물을 혼합하는 단계를 포함하는 실시 형태 (c)가 포함되지만 이로 한정되지 않는다.
- [0037] 조성물의 태양에는 PTT 매트릭스 중에 형성된 PS 입자의 크기, 및 PTT 매트릭스 중의 PS 입자 분포의 부피 균일성(volume homogeneity)이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 500 nm 초과와 평균 입자 크기는 양호한 섬유 방사 성능의 관점에서 바람직하지 않다. 추가적으로, 하나의 단부를 따른 그리고 모든 단부에 걸친 이들 둘 모두의 균일한 섬유 방사는 PS 입자의 부피 분포의 균일성에 명백히 좌우된다. 실제의 용융 가공에서, PS 입자는 용융되어 용융된 액적을 형성하는데 이들 액적은 용융된 PTT 매트릭스 중에 분산되는 것으로 예상된다.
- [0038] 용융 혼합기 내의 온도는 PTT 및 PS 둘 모두의 용점보다 높아야 하지만 이들 성분 중 임의의 것의 최저 분해 온도보다는 낮아야 한다. 특정 온도는 사용되는 중합체의 특정 속성에 좌우될 것이다. 전형적인 실시에서, 용융물 온도는 200℃ 내지 270℃의 범위이다.
- [0039] PS의 미세한 입자 크기 및 PTT 중의 PS의 분산의 부피 균일성 둘 모두는 고전단 용융 블렌딩의 응용에 좌우된다. 이는 본 발명의 조성물에 사용되는 PS의 고농도에 대해 특히 적용된다. 용융물에 적용되는 전단력의 양은 혼합 요소의 회전 속도, 용융물의 점도, 및 혼합 구역 내에서의 용융물의 체류 시간에 좌우된다. 전단력이 너무 낮다면, PS가 파쇄되지 않아서 크기가 500 nm를 초과하는 액적부터 시작하거나 또는 이러한 액적으로

급속히 응집(agglomerate)되는 경향이 있다.

- [0040] 용융 블렌딩 공정은 배치식 또는 연속식 둘 모두로 수행될 수 있다. 중합체 배합의 기술 분야에서 일반적으로 사용되는 것과 같은 고전단 혼합기가 적합하다. 적합한 구배가능한 고전단 배치식 혼합기의 예에는 밴버리 혼합기 및 브라벤더 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.
- [0041] 일 실시 형태에서, 그렇게 제조된 PTT/PS 블렌드는 약 0.32 cm (1/8") 내지 0.48 cm (3/16") 직경의 하나 이상의 스트랜드로 압출되고, 이어서 이들 스트랜드는 펠릿으로 절단된다.
- [0042] 그렇게 제조된 펠릿은 그대로 필름의 사출 성형 또는 압축 성형 및 용융 캐스팅에 사용될 수 있다. 그렇게 제조된 펠릿은 또한 용융 방사된 섬유 제조에 유용한 농축물 또는 마스터배치로서 사용될 수 있다.
- [0043] 그렇게 제조된 펠릿은 상기에 기재된 PTT 중합체, 및 상기에 기재된 PS 중합체를 포함하며, 여기서 PS 중합체는 PTT 중합체에 의해 형성된 연속상 중에 분산된 500 nm 크기 이하의 입자의 형태이다. 일 실시 형태에서, PS 입자의 농도는 15 중량% 내지 40 중량%의 범위이다. 추가 실시 형태에서, PS 입자의 농도는 20 중량% 내지 30 중량%의 범위이다. 이들 펠릿은 "농축물 펠릿"으로서 알려질 것이다.
- [0044] 본 발명의 추가 태양에서, 농축물 펠릿은 PTT 희석제와 용융 블렌딩되어, 농축물에서 확인되는 것보다 PS의 농도가 더 낮은 균질 용융 블렌드를 형성한다. PTT 희석제는 PS를 함유하거나 함유하지 않을 수 있지만, 만약 PS를 함유한다면 그 농도는 농축물 펠릿에서 확인되는 것보다 더 낮다. 농축물 펠릿은 희석용 PTT와 배합되어 0.5 내지 1.5 중량%의 PS를 포함하는 균질 조성물을 형성한다. 이러한 조성물은 "방사 블렌드"로서 알려질 것이다.
- [0045] 대안적인 실시 형태에서, 농축물 및 희석제 둘 모두는 펠릿 대신에 칩, 플레이크 또는 분말의 형태일 수 있다. 본 명세서에서의 논의에서, 펠릿이 언급되는 곳은 어디든지, 이들 대안적인 형태 중 어느 하나 또는 전부가 펠릿 대신 사용될 수 있다. 그러나, 중합체 기술 분야에서는 중합체성 성분들이 칩, 플레이크 또는 분말보다는 펠릿으로서 공급될 때 압출-가공 성능이 가장 우수한 것으로 확인된다.
- [0046] 상기에 기재된 PS와 PTT의 용융 블렌딩의 경우에서와 같이, PTT 희석제 및 농축물 펠릿은 임의의 다양한 방법으로 배합될 수 있다. 일 실시 형태에서, 희석제는 처음에 펠릿의 형태이다. 추가 실시 형태에서, 희석제 및 농축물의 펠릿은 먼저 덩블-블렌딩되고, 그렇게 형성된 펠릿 블렌드는 배치식 또는 연속식으로 고전단 용융 혼합기로 공급된다. 대안적인 실시 형태에서, 희석제는 용융물의 형태일 수 있으며 농축물 펠릿이 고전단 혼합기 내에서 그 용융물 내로 공급될 수 있다.
- [0047] 일 실시 형태에서, 희석제는 연속식 용융 중합기로부터 이축 압출기로 용융물로서 공급되고, 희석제의 도입 지점으로부터 하류에서 농축물 펠릿은 위성 압출기(satellite extruder)로 공급되며, 이 위성 압출기는 농축물을 용융시키고 용융된 형태로 희석제 용융 스트림 내로 공급한다. 이러한 실시 형태가 도 1에 개략적으로 도시되어 있다. PTT를 연속식 용융 중합기(1) 내에서 제조하고, 이로부터 PTT를 용융된 형태로 이송 라인(2)을 통해 이축 압출기(3)로 수송한다. 동시에, 농축물 펠릿을 연속 정량 공급기(weight-loss feeder; 4) 또는 다른 펠릿 공급기 수단을 통해 위성 압출기(5)로 공급하며, 여기서 농축물 펠릿이 용융되고 용융된 형태로 이송 라인(6)을 통해 이축 압출기(3)로 공급되는데, 이때 이축 압출기(3)의 혼합 구역 또는 그 상류에서 공급된다. 이축 압출기 내에서, 농축물 및 희석제의 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 연속 필라멘트(9)가 압출된다.
- [0048] 대안적인 일 실시 형태에서, 생성된 PTT/PS 용융 블렌드는 스트랜드로서 압출되고, 이 스트랜드는 이어서 펠릿으로 절단된다. 그렇게 형성된 펠릿은 "PTT/PS 블렌드 펠릿"이라 불릴 것이다. 이어서, PTT/PS 블렌드 펠릿은 압출기로 공급되어 용융되고 섬유의 용융 방사를 위한 방사구로 공급될 수 있다.
- [0049] 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 대체로 매우 난류이다. 그러나, 방사구 내의 복수의 구멍을 통한 균일한 유동을 달성하기 위하여 방사구 공급물은 층류이어야 한다. 용융물 유동이 난류에서 층류로 바뀌는 것은 이송 라인 내에서의 일 것이다.
- [0050] PS의 역치 농도가 있음이 밝혀졌는데, 이 역치 농도를 초과하는 농도에서는 허용할 수 없는 정도의 PS 응집이

일어나고, 이는 PS 입자 크기가 500 nm를 초과하게 하고, 그럼으로써 원하는 높은 방사 속도의 달성을 방해한다. 역치 농도의 특정 값은 이송 라인의 길이, PS 및 PTT의 점도, 및 이송 라인 내에서의 용융물의 체류 시간에 좌우된다.

[0051] 어떤 이론적인 고려에 의해서도 제한되지는 않지만, 본 발명의 방사 조성물의 층류 유동의 이론적인 모델은, 그 농도 미만에서는 응집 및 입자 성장이 일어나지 않는 PS의 농도가 존재함을 보여준다. 그 영역에서 본 발명의 방법을 작동시키는 것이 바람직하다. 필요 농도의 특정 값은 층류 유동의 용융물에 적용되는 전단을 및 체류 시간에 좌우된다. 예를 들어, 이송 라인 내에서 발견된 5/s의 전단을 및 6초의 체류 시간에서, PS의 필요 농도는 1.2%인 것으로 확인된다.

[0052] 섬유 방사는 널리 상업적 용도로 사용되고 있는 통상적인 장치 및 절차를 사용하여 달성될 수 있다. 실제상의 문제로서, 3 dpf (필라멘트당 데니어) 이하의 세데니어(fine denier) 필라멘트의 방사의 경우, 3% 초과 PS 농도는 그렇게 제조된 섬유의 기계적 특성의 저하로 이어지는 것으로 확인된다. 또한, 5% PS에서, 세데니어 필라멘트는 전혀 용융 방사될 수 없는 것으로 확인된다.

[0053] 섬유 방사에 적합한 제조된 PTT/PS 블렌드는, 평균 크기가 500 nm 미만인 것을 특징으로 하는 PS 입자의 농도가 0.5 내지 1.5%의 범위인 것을 특징으로 한다. 용융 방사 전에, 중합체 블렌드 펠릿은 용융 방사 동안 가수 분해를 피하기 위해 바람직하게는 30 ppm 미만의 수분 수준으로 건조된다. 당업계에 알려진 임의의 건조 수단이 만족스럽다. 일 실시 형태에서, 폐루프(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 벌크 연속 필라멘트 (BCF; bulk continuous filament), 부분 배향사 (POY; partially oriented yarn), 방사-연신사 (SDY; spin-draw yarn) 및 스테이플 섬유에 적절한 통상적인 가공 기계를 사용하여 250 내지 265℃에서 섬유로 용융 방사된다.

[0054] 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(spining 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 더 큰 임의의 입자를 제거한다. 방사구를 통한 질량 유량은 정량 펌프에 의해 조절된다. 팩의 바닥에서, 중합체는 두꺼운 금속 플레이트(방사구) 내의 복수의 작은 구멍을 통해 공기 켄칭 구역(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. 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, 이를 통해 방사된 필라멘트가 감기게 되는 고도로 제어된 회전 롤 시스템이 라인 속도(line speed)를 제어한다. 필라멘트의 직경은 유량 및 권취 속도(take-up speed)에 의해 결정되며, 방사구 구멍 크기에 의해 결정되지 않는다.

[0055] 제조된 필라멘트의 특성은 특히 방사구로부터의 출구와 섬유의 고화 지점 사이의 영역 - 이는 켄칭 구역으로 알려짐 - 에서 섬유 동역학(threadline dynamics)에 의해 결정된다. 켄칭 구역의 특정 설계, 즉 새로 생겨난 여전히 운동성이 있는 섬유(motile fiber)를 가로지르는 공기 유량은 켄칭된 섬유 특성에 매우 큰 영향을 미친다. 횡방향(또는 측방향) 켄칭 및 반경방향 켄칭 둘 모두가 일반적으로 사용되고 있다. 켄칭 또는 고화 후, 섬유는 권취 속도로 이동하는데, 이 권취 속도는 전형적으로 방사구 구멍으로부터의 탈출 속도보다 100 내지 200배 더 빠르다. 따라서, 방사구 구멍으로부터의 탈출 후에 섬유의 상당한 가속 (및 연신)이 일어난다. 방사된 섬유 내로 동결된 배향의 양은 고화 지점에서의 섬유 내의 응력 수준과 직접 관련된다.

[0056] 본 발명은 하기의 특정 실시 형태에 의해 추가로 설명되지만 제한되지 않는다.

[0057] 실시예

[0058] 실시예 1 내지 실시예 6

[0059] 소로나(Sorona)(등록상표) 브라이트(Bright) PTT 수지 (1.02 IV, 미국 델라웨어주 월밍톤 소재의 듀폰 컴퍼니(DuPont Company)로부터 입수가가능함) 폴리트라이메틸렌 테레프탈레이트를 표 1에 나타난 양으로 폴리스티렌(168 M KG 2, 바스프로부터 입수가가능함)과 배합하였다. PTT는 사용 전에 14시간 동안 120℃에서 질소 퍼지(nitrogen purge)를 사용하여 진공 오븐 내에서 건조시켰다. 2개의 중합체를 개별적으로 베르너 앤드 플라이더러(Werner & Pfleiderer) ZSK-30 동방향 회전 이축 압출기의 제4 배럴 섹션으로 연속 정량 공급하였다. 사

용된 공급 속도는 시간당 파운드 (pph) 단위로 표 1에 나타나 있다. 압출기는 13개의 배럴 섹션이 2개의 혼련 구역 및 3개의 수송 섹션과 함께 교대 배열로 구성된 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. 배럴 세그먼트 8에 진공을 가하였다. 스크류 속도는 표 1에 나타난 바와 같았다. 표 1은 또한 공급물의 조성, 산출 속도 및 용융물 온도를 보여준다. 다이를 빠져나간 직후에 중합체를 물에서 켄칭하였으며, 이어서 표준 펠릿화 장비를 사용하여 0.32 cm (1/8") 펠릿으로 펠릿화하였다.

표 1

실시예 번호	조성 (PTT/PS)	PTT 설정 공급 속도 (pph)	폴리스티렌 설정 공급 속도 (pph)	산출 속도 (pph)	스크류의 RPM	용융물 온도 (℃)
1	85/15	25.5	4.5	30.4	200	278
2	80/20	24.0	6.0	30.0	250	277
3	75/25	22.5	7.5	30.2	200	268
4	70/30	14.0	6.0	20.0	200	265
5	65/35	13.0	7.0	20.0	200	263
6	60/40	12.0	8.0	23.0	200	270

[0060]

[0061]

실시예 7

[0062]

소로나(등록상표) 세미 덜(Semi Dull) PTT 수지 (1.02 IV - 0.3 중량% TiO₂, 듀폰 컴퍼니로부터 입수가가능함)를 실시예 1 내지 실시예 6의 8 중량%의 폴리스티렌과 배합하였다. PTT는 실시예 1 내지 실시예 6에서와 같이 사용 전에 건조시켰다. 2개의 중합체는, (PTT 및 PS에 대해 각각 미국 뉴저지주 피트만 소재의 케이-트론 인터내셔널, 인크.(K-Tron International, Inc.)의 케이-트론 S-200 일축 공급기 및 케이-트론 K2ML-T20 이축 나선형 공급기를 사용하여) 184 pph의 PTT 및 16 pph의 PS로 연속 정량 공급기에 의해, 독립적으로 가열된 10개의 배럴 섹션을 구비한 40 mm 동방향 회전 이축 압출기 (미국 뉴저지주 램세이 소재의 베르너 앤드 플라이더러 코포레이션)의 제2 배럴 섹션으로 독립적으로 공급하였다. 목부(throat) 온도는 50℃이었으며, 배럴 섹션 1 내지 배럴 섹션 4는 230℃로 설정하였으며, 배럴 섹션 5는 225℃로 설정하였으며, 배럴 섹션 6 내지 배럴 섹션 9는 200℃로 설정하였으며, 배럴 섹션 10은 245℃로 설정하였으며, 0.48 cm (3/16") 구멍을 구비한 6-구멍 스트랜드 다이는 245℃로 설정하였으며, 이러한 가열 프로파일(heating profile)을 사용한 용융물 온도는 255℃였다. 6개의 산출 스트랜드를 물로 켄칭하고 0.32 cm (1/8") 펠릿으로 펠릿화하였다.

[0063]

도 1에 도시된 연속식 용융 중합기를 연속 정량 펠릿 공급기로 대체한 것을 제외하고는, 방사 공정은 도 1 및 도 2에 도시된 바와 같았다. 도 1을 참고하면, 소로나(등록상표) 세미 덜 PTT 수지의 펠릿을 상기에 기재된 바와 같이 회석용 중합체로서 사용하였다. 이 펠릿을 41.58 g/min으로 28 mm 동방향 회전 이축 압출기 (미국 뉴저지주 램세이 소재의 베르너 앤드 플라이더러 코포레이션)로 공급하였다. 동시에, 상기에서 제조된 8 중량% PS/PTT 펠릿을 연속 정량 공급기를 통해, 독립적으로 가열된 4개의 배럴 섹션을 갖는 위성 압출기(5) (프리즘(Prism) 동방향 회전 이축 압출기, 미국 매사추세츠주 월섬 소재의 서모 사이언티픽(Thermo Scientific))로 공급하였다. 배럴 섹션 1은 250℃로 설정하였으며, 배럴 섹션 2 내지 배럴 섹션 4는 260℃로 설정하였다. 260℃로 설정된 기어 펌프는 8 중량%의 PS/PTT 중합체 용융물을 4.62 g/min의 속도로 배럴 섹션 2에서 28 mm 압출기(3)로 전달하였다. 28 mm 이축 압출기는 265℃로 설정된 10개의 배럴 섹션을 구비하였다. 다이 출구에서 생성된 용융물 온도는 265℃였다. 28 mm 이축 압출기에서, 농축물의 8 중량% PS/PTT 용융 블렌드 및 회석용 PTT 용융물을 혼합하여 0.8 중량% PS/PTT 중합체 용융 블렌드를 형성하였으며, 이는 이송 라인(7)을 통해 모래 필터(50/325 메시 층의 상부에 있는 25/50 층)를 포함하는 방사 팩(8)에 이어 34-구멍 방사구로 공급하였다. 이들 구멍은 원형 단면의 것이고 직경이 0.030 cm (0.012")이고 길이가 0.056 cm (0.022")이었으며, 이들로부터 2.2 dpf의 연속사(continuous yarn)가 압출되었다.

[0064]

도 2는 섬유 방사 공정의 개략도이다. 34개의 필라멘트(22)를 방사구(21)를 통해 압출하였다. 이들 필라멘트는 냉각 구역(23)을 통과하여 번들(bundle)로 형성되었으며, 피니시 어플리케이터(24; finish applicator) 위로 통과하였다. 냉각 구역은 실온 및 60% 상대 습도 및 40 ft/min 속도의 횡류(cross-flow) 켄칭 공기를 포함하였다. 피니시 어플리케이터(24) 이후에, 필라멘트 번들은 75℃로 설정된 한 쌍의 공급 롤(25)로 이동하였다. 필라멘트 번들을 공급 롤 둘레에 6회 감았다. 이들 공급 롤로부터, 필라멘트 번들은 125℃로 설정

된 한 쌍의 연신 롤(draw roll)로 이동하여 연신 롤 둘레에 8회 감았다. 연신 롤 속도는 4500 m/min이었으며, 공급 롤 속도는 2000 m/min이었다. 이들 연신 롤로부터, 필라멘트 번들은 한 쌍의 렛다운 롤(let-down roll; 27)로 이동하였는데, 이들 렛다운 롤은 실온에서 그리고 연신 롤 속도보다 1 내지 2% 더 빠른 속도로 작동하였다. 필라멘트 번들을 렛다운 롤 둘레에 10회 감았다. 이들 렛다운 롤로부터, 필라멘트 번들은 인터레이스 제트(interlace jet)를 통과하였으며, 이어서 4445 m/min으로 작동되는 권취기(wind-up)로 이동하였다. 그렇게 제조된 섬유는 2.32 dpf인 것을 특징으로 하는데, 이때 강인도(tenacity)는 2.84 g/데니어였다.

[0065] 실시예 8

[0066] 소로나(등록상표) 브라이트 PTT 수지를 실시예 1 내지 실시예 6의 20 중량%의 폴리스티렌과 배합하였다. PTT는 실시예 1 내지 실시예 6에서와 같이 사용 전에 건조시켰다. 2개의 중합체는, 28 pph의 PTT 및 7 pph의 PS로 연속 정량 공급기에 의해, 독립적으로 가열된 13개의 배럴 섹션을 구비한 베르너 앤드 플라이더러 ZSK-30 동방향 회전 이축 압출기의 제4 배럴 섹션 내로 독립적으로 공급하였다. 목부 온도 및 제1 배럴 온도는 190 °C로 설정하였으며, 이어지는 12개의 섹션은 210°C로 설정하였다. 중합체는 0.48 cm (3/16") 구멍을 갖는 단일 스트랜드 다이를 통해 압출하였다. 이어서, 중합체 스트랜드를 물로 찬청하고 0.32 cm (1/8") 펠릿으로 펠릿화하였다.

[0067] 그렇게 제조된 약 10 g의 펠릿을 2장의 0.015 cm (0.006 인치) 두께의 폴리(테트라플루오로 에틸렌)-코팅된 유리 섬유 이형 시트 사이에 놓았다. 이어서, 이들 시트를 유압 프레스 (PHI, 미국 캘리포니아주 시티 오브 인더스트리 소재)의 플레튼들 사이에 놓았다. 펠릿이 용융되고 압력이 안정될 때까지 프레스를 가열하여 260 °C 및 31.0 kPa (4.5 psi) 게이지 압력이 되게 하였다. 이어서, 압력을 155.1 kPa (22.5 psi) 게이지 압력으로 상승시켰으며, 5분 동안 유지하였다. 이어서, 압력을 해제하고, 이형 시트를 프레스로부터 꺼내어 빙수조 내로 넣었다. 두께가 0.025 cm (0.010 in) 미만인 필름을 이형 시트로부터 떼어내고, 폴리스티렌을 함유하지 않은 PTT 펠릿으로 제조된 유사한 시트와 비교하였다. 20% 폴리스티렌을 사용하여 제조된 필름은 폴리스티렌을 함유하지 않는 필름보다 더 불투명하였지만, 취성 및 인장 특성과 관련해서는 동일하게 느껴졌다.

[0068] 실시예 9

[0069] 실시예 8에서 제조된 181.4 g (0.4 lb)의 PTT/PS 펠릿을 PS를 함유하지 않은 4354.5 g (9.6 lb)의 소로나(등록상표) 브라이트 PTT 수지 펠릿과 혼합하였다. 생성된 펠릿 혼합물을, 28 mm 직경의 배럴을 가지며 각각 240°C로 설정된 6개의 배럴 세그먼트를 갖는 베르너 앤드 플라이더러 압출기로 공급하였다. 스크류 속도는 150 rpm이었다. 268°C의 용융물 온도는 압출기의 출구에서 수동으로 측정하였다. 압출기 산출물을 239°C로 설정된 25.4 cm (10 in) 코트 행어 필름 다이로 공급하였다. 다이 갭을 0.025 cm (0.010 in)로 설정하였으며, 다이 압력은 2040.8 kPa (296 psi)이었다. 필름을 수냉식 회전 캐스팅 드림 상으로 캐스팅하고, 이어서 2.4 cm/min (8 ft/min)으로 작동하는 권취기로 이동하였다. 제조된 필름은 0.005 cm (0.002 in)의 균일한 두께를 나타내는 것으로 확인되었고 폭이 25.4 cm (10 in)이었다. 그렇게 제조된 필름의 단면을 투과 전자 현미경(TEM)으로 조사하였다. 시각적 검사에 의해, PS 입자의 대다수(preponderance)는 입자 크기가 150 nm인 것을 특징으로 하였다.

[0070] 실시예 10

[0071] 소로나(등록상표) 세미 덜 PTT 수지를 실시예 1 내지 실시예 6의 20 중량%의 폴리스티렌과 배합한다. PTT를 실시예 1 내지 실시예 6에서와 같이 사용 전에 건조시킨다. 2개의 중합체는, (PTT 및 PS에 대해 각각 미국 뉴저지주 피트만 소재의 케이-트론 인터내셔널, 인크.의 케이-트론 S-200 일축 공급기 및 케이-트론 K2ML-T20 이축 나선형 공급기를 사용하여) 160 pph의 PTT 및 40 pph의 PS로 연속 정량 공급기에 의해, 독립적으로 가열된 10개의 배럴 섹션을 구비한 40 mm 동방향 회전 이축 압출기 (미국 뉴저지주 램세이 소재의 베르너 앤드 플라이더러 코포레이션)의 제2 배럴 섹션으로 독립적으로 공급한다. 목부 온도는 50°C이고, 배럴 섹션 1 내지 배럴 섹션 4는 230°C로 설정하고, 배럴 섹션 5는 225°C로 설정하고, 배럴 섹션 6 내지 배럴 섹션 9는 200°C로 설정하고, 배럴 섹션 10은 245°C로 설정한다. 0.48 cm (3/16") 구멍을 구비한 6-구멍 스트랜드 다이는 245°C로 설정한다. 6개의 산출 스트랜드는 물로 찬청하고 0.32 cm (1/8") PTT/20%PS 펠릿으로 펠릿화한다.

[0072] 도 1에 도시된 연속식 용융 중합기를 연속 정량 펠릿 공급기로 대체한 것을 제외하고는, 방사 공정은 도 1 및 도 2에 도시된 바와 같다. 도 1을 참고하면, 소로나(등록상표) 세미 덜 PTT 수지의 펠릿을 44.35 g/min으로 28 mm 동방향 회전 이축 압출기 (미국 뉴저지주 램세이 소재의 베르너 앤드 플라이더러 코포레이션)로 공급한다. 동시에, 이전 단락의 PTT/20%PS 펠릿을 연속 정량 공급기를 통해, 독립적으로 가열된 4개의 배럴 섹션을

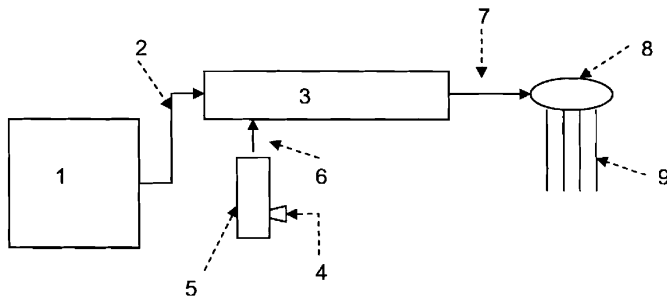
갖는 위성 압출기(5) (프리즘 동방향 회전 이축 압출기, 미국 매사추세츠주 월섬 소재의 서모 사이언티픽)로 공급한다. 배럴 섹션 1은 250℃로 설정하고, 배럴 섹션 2 내지 배럴 섹션 4는 260℃로 설정한다. 260℃로 설정된 기어 펌프는 8 중량% PS/PTT 중합체 용융물을 1.85 g/min의 속도로 배럴 섹션 2에서 28 mm 압출기(3)로 전달한다. 28 mm 이축 압출기는 265℃로 설정된 10개의 배럴 섹션을 구비한다. 28 mm 이축 압출기 내에서, 농축물의 20 중량% PS/PTT 용융 블렌드 및 희석용 PTT 용융물을 혼합하여 0.8 중량% PS/PTT 중합체 용융 블렌드를 형성하며, 이는 이송 라인(7)을 통해 모래 필터(50/325 메시 층의 상부에 있는 25/50 층)를 포함하는 방사 팩(8)에 이어 34-구멍 방사구로 공급한다. 이들 구멍은 원형 단면의 것이고 직경이 0.030 cm (0.012")이고 길이가 0.056 cm (0.022")이며, 이들로부터 2.2 dpf의 연속사가 압출된다.

[0073]

도 2는 섬유 방사 공정의 개략도이다. 34개의 필라멘트(22)를 방사구(21)를 통해 압출한다. 이들 필라멘트는 냉각 구역(23)을 통과하여 번들로 형성되며, 피니시 어플리케이터(24) 위로 통과한다. 냉각 구역은 실온 및 60% 상대 습도 및 40 ft/min 속도의 횡류 첸칭 공기를 포함한다. 피니시 어플리케이터(24) 이후에, 필라멘트 번들은 75℃로 설정된 한 쌍의 공급 롤(25)로 이동한다. 필라멘트 번들을 공급 롤 둘레에 6회 감는다. 이들 공급 롤로부터, 필라멘트 번들은 125℃로 설정된 한 쌍의 연신 롤(26)로 이동하여 연신 롤 둘레에 8회 감는다. 연신 롤 속도는 4500 m/min이며, 공급 롤 속도는 2000 m/min이다. 이들 연신 롤로부터, 필라멘트 번들은 한 쌍의 랫다운 롤(27)로 이동하는데, 이들 랫다운 롤은 실온에서 그리고 연신 롤 속도보다 1 내지 2% 더 빠른 속도로 작동한다. 필라멘트 번들을 랫다운 롤 둘레에 10회 감는다. 이들 랫다운 롤로부터, 필라멘트 번들은 인터레이스 제트(28)를 통과하며, 이어서 4445 m/min으로 작동되는 권취기(29)로 이동한다. 그렇게 제조된 섬유는 2.32 dpf인 것을 특징으로 하는데, 이때 강인도는 2.84 g/데니어이다.

도면

도면1



도면2

