



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0047257
(43) 공개일자 2010년05월07일

(51) Int. Cl.

F26B 3/30 (2006.01) *D04H 3/02* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2010-7002979

(22) 출원일자(국제출원일자) 2008년07월11일

심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2010년02월10일

(86) 국제출원번호 PCT/US2008/069717

(87) 국제공개번호 WO 2009/009707

국제공개일자 2009년01월15일

(30) 우선권주장

60/959,045 2007년07월11일 미국(US)

(71) 출원인

이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니

미합중국 데라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시
마아캣트 스트리트 1007

(72) 발명자

렉스톤, 크리스텔, 베르타

미국 23860 버지니아주 호프웰 아틀란틱 스트리트
2210

와이즈맨, 비., 린

미국 23220 버지니아주 리치몬드 사우쓰 로렐 스트리트
421

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

김영, 양영준, 양영환

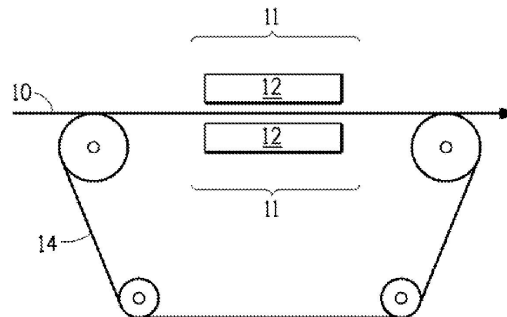
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 적외선 용매 제거 공정

(57) 요약

용액 방사된 부직 웹으로부터 화학 결합된 방사 용매를 제거하는 공정은 평균 섬유 직경이 약 1 마이크로미터 미만인 용매 함유 중합체 섬유를 포함하는 부직 웹을 제공하는 단계, 및 부직 웹에 충돌하는 용매 제거 유체가 없는 상태 하에 적외선을 부직 웹에 조사하여 섬유의 용매 농도를 약 10,000 ppmw 미만으로 감소시키는 적어도 하나의 적외선 용매 제거 스테이션을 통해 부직 웹을 이송시키는 단계를 포함한다.

대표도 - 도2



(72) 발명자

뉴튼, 크리스토퍼, 윌리엄

미국 23221 버지니아주 리치몬드 엘우드 애비뉴
3713

프리스크, 사이몬

미국 23236 버지니아주 리치몬드 이글 런 레인
2707

특허청구의 범위

청구항 1

용액 방사된 부직 웹(solution-spun nonwoven web)로부터 화학 결합된 방사 용매를 제거하는 공정으로서, 평균 섬유 직경이 약 1 마이크로미터 미만인 용매 함유 중합체 섬유를 포함하는 부직 웹을 제공하는 단계, 및 부직 웹에 충돌하는 용매 제거 유체가 없는 상태 하에 적외선을 부직 웹에 조사하여 섬유의 용매 농도를 약 10,000 ppmw 미만으로 감소시키는 적어도 하나의 적외선 용매 제거 스테이션을 통해 부직 웹을 이송시키는 단계를 포함하는 공정.

청구항 2

제1항에 있어서, 평균 섬유 직경은 0.8 마이크로미터 미만인 공정.

청구항 3

제2항에 있어서, 평균 섬유 직경은 0.5 마이크로미터 미만인 공정.

청구항 4

제1항에 있어서, 용매 농도는 1,000 ppmw 미만으로 감소시키는 공정.

청구항 5

제4항에 있어서, 용매 농도는 300 ppmw 미만으로 감소되는 공정.

청구항 6

제1항에 있어서, 부직 웹을 스크립의 상부에서 용매 제거 스테이션을 통해 이송시키는 공정.

청구항 7

제1항에 있어서, 적어도 하나의 적외선 용매 제거 스테이션 전 또는 후에서 적어도 하나의 유체/진공 용매 제거 스테이션을 통해 부직 웹을 이송시키는 단계를 추가로 포함하는 공정.

명세서

기술분야

[0001] 용액 방사된 섬유 웹(solution-spun fiber web)의 용매 함유 섬유(solvent-laden fiber)로부터 용매를 제거하는 공정이 개시된다.

배경기술

[0002] 용액 방사 공정은 요구되는 중합체를 적합한 용매에 용해시키는 단계와, 중합체/용매 용액으로부터 섬유를 방사하는 단계를 포함한다. 흔히, 용매는 그렇게 형성된 천의 사용시 바람직하지 않은 특성, 예를 들어 건강 유해 효과, 원하지 않는 냄새 등을 갖는 유기 용매이다.

[0003] 용액 방사 공정은 섬유 및 부직 천을 제조하는 데 종종 이용되며, 몇몇 경우에는 처리량이 높은 이점을 가져 섬유 또는 천을 상업적으로 실행 가능한 많은 양으로 제조할 수 있도록 한다.

[0004] 미국 특허 제3,503,134호 및 제6,986,830호에 개시된 것과 같은 제지 공정에서, 종이를 형성하는 웨트 레이드(wet laid) 셀룰로오스 섬유의 탈수는 웨트 레이드 셀룰로오스 웹을 진공 보조식 다공성 드럼(vacuum-assisted porous drum) 위로 지나가게 함으로써 수행되며, 형성 공정으로부터의 잉여의 물은 종이 웹을 통해 그로부터 멀리 배출된다. 미국 특허 제3,503,134호는 진공 보조의 건조 효과를 향상시키기 위한 고온 공기, 과열 스팀 또는 스팀-공기 혼합물의 사용을 개시하고 있다. 미국 특허 제6,986,830호는 웨트 레이드 종이 웹을

2개의 부드러운 다공성 직물 웹들 사이에 위치시키는 것을 개시하고 있는데, 여기서 종이 웹의 양면의 다공성 직물이 모세관 작용에 의해 종이로부터 추가의 물을 뽑아낸다.

- [0005] 미국 특허 출원 공개 제2002/0092423호는 부직 중합체 웹를 형성하는 용액 방사 공정, 특히 전기 방사 공정을 개시하고 있는데, 여기서 전기 대전된 회전식 방출기(emitter)를 빠져나와 접지된 수집기 격자(collector grid) 쪽으로 향하게 되는 중합체 용액으로부터 중합체 마이크로섬유 또는 나노섬유가 제조된다. 용매는 방출기와 수집기 격자 사이에서의 "비행 중에"(in flight) 섬유로부터 증발된다.

발명의 내용

과제의 해결 수단

- [0006] 발명의 개요

- [0007] 제1 실시 형태에서, 본 발명은 용액 방사된 부직 웹로부터 화학 결합된 방사 용매를 제거하는 공정으로서, 평균 섬유 직경이 약 1 마이크로미터 미만인 용매 함유 중합체 섬유를 포함하는 부직 웹를 제공하는 단계, 및 부직 웹에 충돌하는 용매 제거 유체가 없는 상태 하에 적외선을 부직 웹에 조사하여 섬유의 용매 농도를 약 10,000 ppmw 미만으로 감소시키는 적어도 하나의 적외선 용매 제거 스테이션을 통해 부직 웹를 이송시키는 단계를 포함하는 공정이다.

도면의 간단한 설명

- [0008] 본 명세서에 통합되고 본 명세서의 일부를 구성하는 첨부 도면들은 본 발명의 현재 고려되는 실시 형태들을 도시하며, 본 설명과 함께 본 발명의 원리를 설명하는 역할을 한다.

도 1은 본 발명에 따라 나노섬유 웹를 제조하기 위한 종래 기술의 일렉트로블로잉(electroblowing) 장치의 개략도.

도 2는 본 발명에 따른 적외선 용매 제거 스테이션의 개략도.

도 3은 본 발명에 따른 유체/진공 용매 제거 스테이션의 개략도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0009] 본 발명은, 적어도 하나의 나노섬유 층을 포함하는, 여과 매체, 에너지 저장 분리기(energy storage separator), 보호용 의류 등과 같은 다양한 고객 최종 용도의 응용을 위한 용매 방사된 웹 및 천과, 용액 방사된 나노섬유 웹 또는 천으로부터 잉여의 방사 용매를 제거하는 공정에 관한 것이다.

- [0010] 매우 다양한 중합체로부터 제조되는 섬유 제품이 다양한 고객 최종 용도의 요구에 적합하게 될 필요성이 존재한다. 많은 중합체 섬유 및 웹는 스핀 본딩(spun bonding) 및 멜트 블로잉(melt blowing)과 같은 용융 방사 공정으로부터 형성될 수 있다. 그러나, 용융 방사를 사용하는 능력은 용융 가공 가능한 중합체, 즉 연화 또는 용융될 수 있고 승온에서 유동할 수 있는 중합체로부터 섬유를 방사하는 것으로 제한된다. 여전히, 많은 최종 용도에서, 섬유 재료, 천 및 웹의 형성을 위해, 용융 가공이 가능하지 않은 중합체를 이용하는 것이 바람직하다. 이러한 용융 가공이 가능하지 않은 중합체를 섬유 재료로 형성하기 위해, 용액 방사 기술이 이용된다. 또한, 용융 가공 가능한 중합체의 용액 방사는 때때로 상이한 특성을 갖는 섬유 재료, 천 및 웹를 형성할 수 있다.

- [0011] 위에서 논의된 바와 같이, 습식 방사, 건식 방사, 플래시 방사(flash spinning), 전기 방사, 및 일렉트로블로잉과 같은 용액 방사 공정은, 요구되는 중합체를 적합한 용매 내로 용해시키는 단계와, 중합체/용매 용액으로부터 섬유를 방사하는 단계를 포함한다. 흔히, 용매는 그렇게 형성된 천의 사용시 바람직하지 않은 특성, 예를 들어 건강 유해 효과, 원하지 않는 냄새 등을 갖는 유기 용매이다.

- [0012] 불행히도, 평량이 약 2 그램/제곱미터 (gsm) 초과인 부직 웹의 형성과 같은 것을 위해, 대량의 천을 방사 다이를 통해 높은 처리량으로 용액 방사할 때, 그렇게 방사된 중합체에 대한 용매의 높은 물리적 친화성 또는 화학적 친화성 중 어느 하나 또는 둘 모두와, 방사 용매의 완전한 증발을 위한 섬유 형성과 섬유 수집 사이의 충분한 시간 또는 공간의 결여로 인해, 수집된 천 또는 섬유에 상당한 양의 잔류 용매가 동반될 수 있다. 많은 경우, 용액 방사 공정에 사용되는 용매는 다양한 수준의 독성을 나타내거나, 또는 부정적인 환경적 효과를 나타내거나 특정 최종 용도에서 불리한 화학 반응을 야기한다. 이와 같이, 용액 방사된 섬유 재료로부터 가능한 한

많은 잔류 용매를 제거하는 것이 바람직하다.

- [0013] 또한, 종래의 부직 천 방사 공정에서, 천은 본질적으로 연속 작업으로 방사되고 큰 롤로 권취되어, 방치시 용매가 증발될 수 있을지라도, 롤 내부의 하부 천이 대기에 노출되지 않기 때문에 롤의 외부에 있는 천에 동반된 용매만이 효과적으로 증발되게 된다. 불리하게도, 방사 용매가 증발될 수 있도록 권취되지 않은 상태로 충분한 시간을 천에 제공하고자 하더라도, 권취되지 않은 천에 대해 공간을 제공하기 위해서는 상당히 긴 영역이 필요하게 될 것이며, 증발된 용매의 회수가 어렵고 비용이 많이 들 것이다. 고객에게 수송하기 전에, 제조 공정 동안에 섬유 또는 천으로부터 원하지 않는 용매를 제거하는 것이 바람직할 것이다.
- [0014] 방사 작업 동안에 중합체를 용매에 완전히 용해시키기 위해 중합체에 대한 용매의 강한 친화성을 기초로 임의의 특정 중합체/용매 방사 시스템이 선택된다는 사실에 의해 용매 제거는 종종 복잡하게 된다. 몇몇 경우에, 섬유 중합체는 용매에 의해 팽윤되는데, 즉 용매 분자는 중합체 섬유 내에 흡수 및 분산된다. 다른 경우에, 용매는 수소 결합, 반데르발스 힘과 같은 것에 의해, 섬유를 구성하는 중합체 분자에 화학 결합되거나, 또는 심지어 염 형성을 통해 이온 결합된다.
- [0015] 건식 방사과 같은 몇몇 종래 기술의 용매 방사 공정에서, 높은 친화성의 용매의 제거는, 길이가 9.1 미터(30 피트)만큼 긴 고온 가스 "연도"(chimney) 내로 섬유를 방사하고, (500℃만큼 높은) 고온 가스를 연도를 통해 통과시켜 원하지 않는 용매를 제거함으로써 달성된다. 예상할 수 있는 바와 같이, 이러한 공정은 고가의 장치를 수반하며, 에너지 집약적 공정이다.
- [0016] 용액 방사된 섬유로부터의 원하지 않는 용매 제거를 향상시키는 한 가지 방식이 섬유 자체의 직경을 줄이는 것인데, 그 이유는 발산 탈휘발화 기작(diffusion de-volatilization mechanism)이 $1/\text{직경}^2$ 관계를 따르기 때문임을 알게 되었다. 즉, 동반된 용매는 더 큰 직경을 갖는 섬유의 외부로부터는 더 작은 직경을 갖는 섬유의 외부로 더 쉽게 발산될 것이다. 본 발명에 따르면, 용매 제거의 발산 탈휘발화 기작의 최적화를 위해 용액 방사된 섬유가 약 1 마이크로미터 미만의 직경을 갖는 것(나노섬유)이 바람직하다.
- [0017] "나노섬유"라는 용어는 수십 나노미터로부터 최대 수백 나노미터까지 변하지만 일반적으로 약 1 마이크로미터 미만, 심지어 약 0.8 마이크로미터 미만, 및 심지어 약 0.5 마이크로미터 미만의 직경을 갖는 섬유를 말한다.
- [0018] 본 발명의 공정에 처해지는 용액 방사된 천 및 웹은 중합체 나노섬유의 적어도 하나의 층을 포함한다. 나노섬유는 약 1 μm 미만, 바람직하게는 약 0.1 μm 내지 약 1 μm 의 평균 섬유 직경과, 공기/액체 여과 매체, 에너지 저장 분리기, 보호용 의류 등과 같은 다양한 상업적 최종 용도를 충족시키기에 충분히 큰 평량을 갖는다.
- [0019] 상업적인 양 및 평량의 나노섬유 층(들)을 제조하는 공정이 국제 특허 공개 W02003/080905호(미국 특허 출원 제 10/822,325호)에 개시되어 있는데, 이는 본 명세서에 참고로 포함된다. 도 1은 국제 특허 공개 W0 2003/080905호에 기재된 일렉트로블로잉 (또는 "일렉트로-블로운 방사(electro-blown spinning)")를 이용하여 본 발명의 공정을 수행하는 데 유용한 일렉트로블로잉 장치의 개략도이다. 이러한 종래 기술의 일렉트로블로잉 방법은, 용매 중의 중합체 용액을 혼합 챔버(100)로부터 방사 빔(spinning beam, 102)을 통해 고전압이 인가되는 방사 노즐(104)로 공급하면서, 중합체 용액이 노즐을 빠져나오며 따라 압축 가스를 블로잉 가스 스트림(106)으로 중합체 용액을 향하게 하여 나노섬유를 형성하는 단계와, 나노섬유를 진공 챔버(114) 및 송풍기(112)에 의해 생성된 진공 하에 접지된 수집기(110) 상에서 웹으로 수집하는 단계를 포함한다.
- [0020] 이동 수집 장치는 바람직하게는 방사 빔(102)과 수집기(110) 사이에서 정전기장 내에 위치되는 이동 수집 벨트이다. 수집된 후에, 나노섬유 층은 방사 빔 하류측의 권취 롤로 향하게 되어 권취 롤 상에 권취된다. 선택적으로, 나노섬유 웹은 스펠본디드 부직포, 멜트블로운 부직포, 니들 펀칭된 부직포, 직조 천, 편직 천, 구멍 형성된 필름, 종이 및 이들의 조합과 같은, 이동 수집 벨트(110) 상에 배열된 다양한 다공성 스크림(scrim) 재료들 중 임의의 재료 상에 침착될 수 있다.
- [0021] 전형적으로 약 0.1 내지 5 $\text{ml}/\text{구멍}/\text{min}$ 의 일렉트로블로잉 장치의 높은 처리량과, 방사 빔(102)을 가로질러 분포된 다수의 방사 노즐(구멍)(104)로 인해, 건조 기준으로, 즉 잔류 용매가 증발되었거나 제거된 후에 측정될 때, 평량이 약 2 g/m^2 내지 약 100 g/m^2 , 심지어 약 10 g/m^2 내지 약 90 g/m^2 , 그리고 심지어 약 20 g/m^2 내지 약 70 g/m^2 인 단일 나노섬유 층이 이동 수집 장치의 단일 패스(pass)시 단일 방사 빔으로부터 나노섬유들을 침착시킴으로써 제조될 수 있다. 그러나, 또한 본 공정의 높은 처리량으로 인해, 상당한 양의 잔류 방사 용매, 특히 섬유 중합체에 대해 강한 친화성을 갖는 그러한 용매가 그렇게 형성된 나노섬유 웹에 남아 있을 수 있다.
- [0022] 섬유 직경을 심지어 1 마이크로미터 미만, 또는 심지어 약 0.8 마이크로미터 미만, 또는 심지어 약 0.5 마이크

로미터 미만으로 줄이는 것 단독으로는 단순히 진공 보조식 수집에 의해 나노섬유 웹로부터 잔류 용매를 감소 또는 제거하는 데에는 불충분함이 밝혀졌다.

- [0023] 따라서, 종래 기술의 장치(도 1)의 수집 벨트(110) 하류에 배치되는 본 발명의 적외선 용매 제거 공정 및 장치(도 2)는 천 또는 웹의 권취 전에 용액 방사 공정으로부터의 원하지 않는 잔류 용매를 연속적인 방식으로 감소시키거나 제거하도록 작용한다. 대안적으로, 본 발명의 적외선 용매 제거 공정 및 장치는 방사된 상태 그대로의 나노섬유 웹이 수집된 후에 "오프라인"으로 또는 별개의 공정으로 사용될 수 있다.
- [0024] 적외선 용매 제거 장치는, 용매 방사된 나노섬유 웹 및 그의 선택적인 지지 스크립(10)을 지지하고 이를 하나 이상의 적외선 용매 제거 스테이션(11)을 통해 안내하는 선택적인 연속 이동 벨트(14)를 포함하며, 각각의 적외선 용매 제거 스테이션은 적외선 공급원(12)을 포함한다. 적외선 용매 제거 스테이션(11)은 용매 방사된 나노섬유 웹의 평면의 일 면 또는 양 면 상에 위치될 수 있다. 도 2는 용매 방사된 나노섬유 웹의 평면의 대향면들 상의 2개의 적외선 용매 제거 스테이션(11)을 도시한다.
- [0025] 본 명세서에 참고로 포함된 미국 특허 출원 제11/640,625호는 부직 웹에 충돌하는 용매 제거 유체의 존재시 적외선 용매 제거 스테이션을 사용하는 공정을 기술한다. 대조적으로, 본 발명은 용매 제거 단계 동안에 부직포를 용매 제거 유체와 충돌시키기 위해 유체 생성 장치 또는 진공원을 이용하지 않는다.
- [0026] 이론에 의해 구애되고자 함이 없이, 제거 유체의 존재가 심지어 가열될 때도 부직 웹을 냉각시켜 용매 제거를 더욱 어렵게 만든다고 여겨진다. 이러한 효과를 약화시키기 위하여, 더 많은 적외선 에너지가 가해져야 하거나 더 높은 온도의 용매 제거 유체가 채용되어야 한다. 또한, 적외선 에너지가 증가되거나 용매 제거 유체의 온도가 증가됨에 따라, 중합체를 열적으로 열화시킬 위험성이 증가된다.
- [0027] 뜻밖에도, 부직 웹에 충돌하는 용매 제거 유체를 사용하지 않는 것이 미국 특허 출원 제11/640,625호에 기재된 바와 같이, 대략 용매 제거 유체를 사용하는 것만큼 용매 제거에서 효과적이거나 보다 양호한 것임을 밝혀내었다. 따라서, 본 발명은 용매 제거 유체를 제공하고 가열하는 비용을 제거한다.
- [0028] 부직포에 충돌하는 용매 제거 유체없이 적외선을 이용하면, 섬유 중합체 중 용매 농도를 약 10,000 ppmw 미만, 심지어 1000 ppmw 미만, 또는 심지어 약 300 ppmw 미만으로 감소시킬 수 있다. 적외선(IR) 공급원은 중간 파장(1.5 내지 5.6 마이크로미터) 또는 짧은 파장(0.72 내지 1.5 마이크로미터) 공급원일 수 있고, 용매-함유 나노섬유 웹을 웹 중합체의 분해 온도 바로 아래까지의 온도로 가열하기 위하여 강도가 변화될 수 있다. 본 발명자들은 적합한 웹 온도가 IR 공급원에 대한 웹 노출의 체류 시간에 따라 웹 중합체의 분해 없이 약 120℃로부터 약 340℃만큼 높은 정도까지 변할 수 있음을 밝혀내었다.
- [0029] 본 발명으로부터의 효과를 얻을 수 있는 중합체/용매 조합은 중합체가 용매에 대해 강한 친화성을 나타내는 조합, 특히 수소 결합 등과 같은 화학 결합이 중합체와 용매 사이에 일어나는 조합이다. 분리시키기 어려운 몇몇 중합체/용매 조합은 폴리아미드/포름산과 폴리비닐 알코올/물이다.
- [0030] 섬유 중합체에 대한 특정 방사 용매의 친화성에 따라, 잔류 용매 농도를 다수의 단계로 감소시키기 위해 하나 이상의 적외선 용매 제거 스테이션을 용매 제거 장치에 통합시키는 것이 유리할 수 있다. 게다가, 미국 특허 출원 제11/640625호에 개시된 바와 같은 유체/진공 용매 제거 스테이션이 또한 사용될 수 있다.
- [0031] 도 3의 유체/진공 용매 제거 공정 및 장치는 종래 기술의 장치(도 1)의 수집 벨트(110)의 하류에 배치되고 적외선 용매 제거 장치의 전방에 또는 후방에 배치될 수 있으며, 천 또는 웹의 권취 전에 연속적인 방식으로 용액 방사 공정으로부터 원하지 않는 잔류 용매의 감소 또는 제거를 실행하도록 추가로 작용할 수 있다.
- [0032] 유체/진공 용매 제거 장치는, 용매 방사된 나노섬유 웹 및 그의 선택적인 지지 스크립(10)을 지지하고 이를 하나 이상의 용매 제거 스테이션(20)을 통과하게 하는 선택적인 연속 이동 벨트(14)를 포함하며, 용매 제거 스테이션의 각각은 이동 벨트(14)의 일 면 상에 배치되는 신규 용매 제거 유체 가열 장치(16) 및 이동 벨트(14)의 반대 면 상에 배치되는 진공 장치(18)를 포함한다. 신규 용매 제거 유체(17), 전형적으로 공기는 이동하는 용액 방사된 웹 상에 충돌하고, 진공 장치는 용매 제거를 수행하기 위해 용액 방사된 웹을 통해 제거 유체를 인출하는 것을 돕는다. 바람직하게는, 재활용 또는 폐기를 위하여 소비된 제거 유체로부터 잉여의 방사 용매를 제거하도록, 소비된 용매 제거 유체 수집기(도시되지 않음)가 진공 장치의 하류에 배치된다. 온도, 진공 압력 및 심지어 신규 용매 제거 유체 자체는 각각의 용매 제거 스테이션 내에서 개별적으로 제어될 수 있다.
- [0033] [실시예]
- [0034] 24 중량% 농도의 나일론 6,6 중합체인 자이텔(Zytel)(등록상표) FE3218 (미국 델라웨어주 윌밍톤 소재의 이. 아

이. 듀폰 디 네모아 앤드 컴퍼니(E. I. du Pont de Nemours and Company)로부터 입수가능함)을 99% 순도의 포름산 용매 (핀란드 헬싱키 소재의 케미라 오와이제이(Kemira Oyj)로부터 입수가능함) 중에 용해한 중합체 용액을 일렉트로블로잉하여 얼마간의 잔류 용매를 함유한 부직 웹을 형성하여서 하기의 실시예들을 준비하였다.

[0035] 나일론 부직 시트에서의 잔류 포름산 함량을 표준 습식 화학 기술 및 이온 크로마토그래피 분석을 이용하여 결정하였다. 전형적인 결정에서, 공지된 질량의 샘플을 부식성 용액 내에 두었다. 생성된 용액의 분취물을 이온 크로마토그래피에 의해 분석하였으며, 중화된 포름산(포르메이트 음이온)에 해당하는 피크 아래의 영역은 샘플에서의 포름산의 양에 비례하였다.

[0036] 비교예 A

[0037] 비교예 A를 전술된 바와 같이 준비하였으며, 이동하는 다공성 스크린 상에서 유체/진공 용매 제거 스테이션으로 이송시켰다. 120℃의 온도에서의 공기인 용매 제거 유체를 일 면으로부터 부직 웹 상으로 충돌시키면서, 부직 웹의 다른 면에 진공을 가하였다. 진공은 대략 180 mm H₂O로 측정되었다. 공기 압력 및 진공을 결합하여 용매 제거 스테이션에 거의 일정한 대기압을 생성하였다. 부직 웹을 용매 제거 스테이션에 4.3초 동안 방치하였다. 부직 웹은 본 발명의 용매 제거 공정에 처해지지 않았다. 최종 용매 수준은 비교예 B 및 실시예 1을 준비하기 전에 측정된 1820 ppm이었다.

[0038] 비교예 B

[0039] 비교예 B는 미국 특허 출원 제11/640,625호의 공정에 따라 부직 웹에 충돌하는 용매 제거 유체를 이용하는 적외선 용매 제거 스테이션을 통해 부가적으로 이송되는 것을 제외하고는 비교예 A와 동일한 방식으로 준비되었다. 이러한 제거 스테이션은 스테인레스강 벨트, 권취 스테이션, 적외선 히터, 적외선 히터 아래에서 벨트 밑에 위치한 고정 진공원, 및 2개의 가열된 공기 공급원 - 하나는 적외선 히터 전에 부직 웹에 수직으로 충돌하고, 하나는 적외선 히터 후에 부직 웹에 수직으로 충돌함 - 으로 이루어졌다. 적외선 히터는 240 볼트에서 12 kW로 등급이 정해진 3상 단파 히터인 방사 에너지 히터였으며, 웹을 180℃까지 가열하기에 충분히 높은 수준으로 설정되었다. 100℃의 고온 공기가 웹 위에서 스위핑(sweeping)하였다. 진공원은 114.3 mm H₂O의 진공을 가지고 적외선 히터로부터 부직 웹의 반대측에 위치되었다. 분당 1.016 미터의 속도로 건조기를 통해 웹을 공급하였으며, 이는 대략 15초의 총 체류 시간에 대응한다. 오븐 내의 시트 온도는 평균 153℃인 것으로 측정되었다. 최종 용매 수준은 1431 ppm이었다.

[0040] 실시예 1

[0041] 실시예 1은 부직 웹에 충돌하는 용매 제거 유체 없이 적외선 용매 제거 스테이션을 통해 부가적으로 이송되는 것을 제외하고는 비교예 A와 동일한 방식으로 준비되었다. 제거 스테이션은 스테인레스강 벨트, 권취 스테이션 및 적외선 히터로 이루어졌다. 적외선 히터는 240 볼트에서 12 kW 정격인 3상 단파 히터인 방사 에너지 히터였으며, 웹을 180℃까지 가열하기에 충분히 높은 수준으로 설정되었다. 어떠한 충돌 유체도 웹의 어느 쪽에서도 이용되지 않았다. 웹을 분당 1.016 미터의 속도로 히터 아래에서 공급하여, 15초의 체류 시간을 얻었다. 최종 용매 수준은 696 ppm이었다.

[0042] 비교예 A는 부직 웹에 충돌하는 용매 제거 유체를 이용하는 유체/진공 용매 제거 스테이션의 효과를 나타내는데, 이는 잔류 용매를 일부 상업적 용도에 적합한 수준으로 제거하였다.

[0043] 비교예 B는 부직 웹에서의 용매 제거 유체 충돌을 이용하는 적외선-기반 용매 제거의 효과를 나타내는데, 이는 추가의 잔류 용매를 제거하였다.

[0044] 실시예 1은 부직 웹에서의 용매 제거 유체 충돌이 없는 적외선-기반 용매 제거의 효과를 나타내는데, 이는 추가의 잔류 용매를 부직 웹에서의 매우 낮은 잔류 용매 수준으로 제거하였다.

[0045] 비교예 C

[0046] 비교예 C를 상기 실시예 부분에서 기재된 바와 같이 준비하였으며, 이동하는 다공성 스크린 상에서 유체/진공 용매 제거 스테이션으로 이송시켰다. 65℃의 온도에서의 공기인 용매 제거 유체를 일 면으로부터 부직 웹 상으로 충돌시키면서, 부직 웹의 다른 면에 진공을 가하였다. 진공은 대략 100 mm H₂O로 측정되었다. 공기 압력 및 진공을 결합하여 용매 제거 스테이션에 거의 일정한 대기압을 생성하였다. 부직 웹을 용매 제거 스테이션에 20초 동안 방치하였다. 부직 웹은 본 발명의 용매 제거 공정에 처해지지 않았다. 최종 용매 수준은 7501 ppm이었다.

[0047] 비교예 D, 비교예 E 및 비교예 F

[0048] 비교예 D, 비교예 E 및 비교예 F는 용매 제거 유체가 부직 웹에 충돌하는 적외선 용매 제거 구역을 통해 추가적으로 이송된다는 것을 제외하고는 비교예 C와 동일한 방식으로 준비되었다. 이러한 추가적인 단계는 부유 건조기(floatation dryer)를 통해 웹을 이송시키는 단계에 있게 되었다. 건조기는 적외선 히터의 2개의 बैं크로 구성된 3개의 섹션으로 이루어지며, बैं크의 각각은 웹의 위와 아래의 둘 모두에 있다. 사용된 적외선 히터는 글렌로(GlenRo)로부터 입수가능한 31.4 kW, 480 볼트, 1 상, 중과장으로 등급이 정해진 라드플레인(Radplane) 시리즈 80 히터였다. 비교예 D, 비교예 E 및 비교예 F 각각에 대해 49℃, 107℃ 및 205℃ 온도의 고온 공기가 웹 이동과 반대 방향으로 웹의 위와 아래에서 스위핑하였다. 분당 12.2 미터의 속도로 건조기를 통해 웹을 공급하였으며, 이는 대략 12초의 총 체류 시간에 대응한다. 최종 용매 수준은 각각 2624 ppm, 596 ppm 및 235 ppm이었다.

[0049] 실시예 2

[0050] 실시예 2는 부직 웹에 충돌하는 용매 제거 유체 없이 적외선 제거 스테이션을 통해 추가적으로 이송된다는 것을 제외하고는 비교예 C와 동일한 방식으로 준비되었다. 이러한 추가적인 단계는 부유 건조기를 통해 웹을 이송시키는 단계에 있게 되었다. 건조기는 적외선 히터의 2개의 बैं크로 구성된 3개의 섹션으로 이루어지며, बैं크의 각각은 웹의 위와 아래의 둘 모두에 있다. 사용된 적외선 히터는 글렌로로부터 입수가능한 31.4 kW, 480 볼트, 1 상, 중과장으로 등급이 정해진 라드플레인 시리즈 80 히터였다. 비교예 D, 비교예 E 및 비교예 F와 달리, 고온 공기가 웹 이동과 반대 방향으로 웹의 위와 아래에서 스위핑하지 않았다. 분당 12.2 미터의 속도로 건조기를 통해 웹을 공급하였으며, 이는 대략 12초의 총 체류 시간에 대응한다. 최종 용매 수준은 337 ppm이었다.

[0051] 비교예 D, 비교예 E 및 비교예 F는 부직 웹에서의 용매 제거 유체 충돌을 이용하는 적외선-기반 용매 제거의 효과를 나타내는데, 이는 추가의 잔류 용매를 제거하였다. 제거되는 잔류 용매의 양은 용매 제거 유체의 온도에 크게 좌우된다.

[0052] 실시예 2는 부직 웹에서의 용매 제거 유체 충돌이 없는 적외선-기반 용매 제거의 효과를 나타내는데, 이는 추가의 잔류 용매를 부직 웹에서의 매우 낮은 잔류 용매 수준으로 제거하였다. 재료 중의 잔류 용매 수준은 비교예 F의 경우만큼 대체로 낮았지만, 중합체 열화를 가질 가능성은 고온 제거 유체를 사용하지 않을 때 상당히 감소되었다. 비교예 D, 비교예 E 및 비교예 F 그리고 실시예 2가 표 1에 요약되어 있다.

표 1

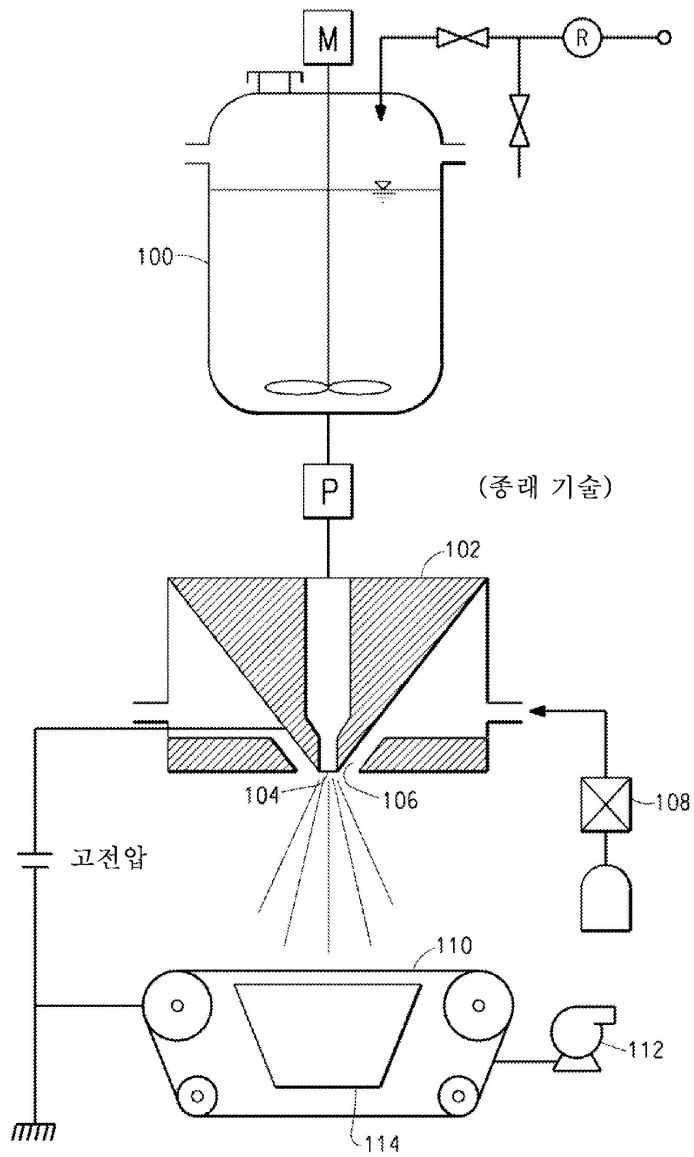
샘플	속도	송풍기 출력	공기 온도	FA
	m/min	%	℃	ppm
비교예 C	-	-	-	7501
비교예 D	12.2	75	49	2624
비교예 E	12.2	75	107	596
비교예 F	12.2	75	205	235
실시예 2	12.2	off	-	373

[0053]

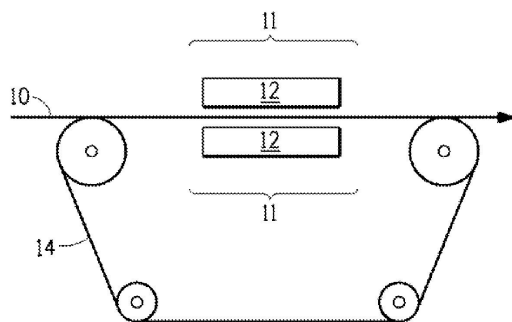
[0054] 이들 실시예는 본 발명의 적외선-기반 용매 제거 스테이션이 실질적으로 방사 용매가 없는 용액 방사된 부직 웹을 제조할 수 있음을 나타낸다.

도면

도면1



도면2



도면3

