



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0119050
(43) 공개일자 2022년08월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

D01F 13/04 (2006.01) C08J 11/08 (2006.01)
C08L 33/00 (2006.01) C08L 67/00 (2006.01)
C08L 77/00 (2006.01) C08L 77/10 (2006.01)
D01D 1/02 (2006.01) D01F 6/60 (2006.01)

(52) CPC특허분류

D01F 13/04 (2013.01)
C08J 11/08 (2021.05)

(21) 출원번호 10-2022-7022649

(22) 출원일자(국제) 2020년12월18일

심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2022년07월01일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2020/087083

(87) 국제공개번호 WO 2021/123210

국제공개일자 2021년06월24일

(30) 우선권주장

19218737.5 2019년12월20일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인

데이진 아라미드 비.브이.

네덜란드 6824 베이엠 아르헨 펠페르버흐 76

(72) 발명자

부르스틀 하네커

네덜란드 6824 엔엔 아르헨 니콜라스 베이츠스트
라트 1에이

니엔하위스 비도

네덜란드 6852 엔제이 하위선 도르스블레헨 17

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

장훈

전체 청구항 수 : 총 25 항

(54) 발명의 명칭 연속 재활용 공정

(57) 요약

본 출원은 아라미드 섬유에 연속 재활용 공정으로서,

- 비연속 아라미드 섬유를 포함하는 아라미드 섬유질 재료를 황산과 배합하여, 아라미드를 포함하는 방사 도프를 얻는 단계 및

- 상기 아라미드를 포함하는 방사 도프를 연속 아라미드 섬유로 가공하는 단계를 포함하는 공정에 관한 것이다. 본 발명은 또한, 바람직하게는 상기 공정에 의해 얻을 수 있는 연속 아라미드 섬유, 및 상기 연속 아라미드 섬유를 포함하는 멀티필라멘트 안에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

C08L 33/00 (2013.01)
C08L 67/00 (2013.01)
C08L 77/00 (2013.01)
C08L 77/10 (2013.01)
D01D 1/02 (2013.01)
D01F 6/605 (2013.01)
C08J 2377/10 (2013.01)
C08L 2205/025 (2013.01)
Y02P 70/62 (2020.08)

(72) 발명자

라 파일러 레너

네덜란드 8014 알렉스 즈볼러 막카이바러 96

휘네스 라시드

네덜란드 6841 케이비 아른험 브뤼넬싱얼 124

마우데바 사이드

네덜란드 6822 엠비 아른험 호로트 페이베르달 21

헤번 베르트

네덜란드 6881 에스제이 펠프 프레데릭스트라트 1

마선 스탄

네덜란드 3703 에이티 제이스트 데 브링크 127

고미야 나오야

일본 530-0005 오사카 오사카 오사카시 기타쿠 나
카노시마 3-쵸메 2-4

명세서

청구범위

청구항 1

아라미드 섬유질 연속 재활용 공정으로서,

- 비연속 아라미드 섬유를 포함하는 아라미드 섬유질 재료를 황산과 배합하여, 아라미드를 포함하는 방사 도프를 얻는 단계 및
- 상기 아라미드를 포함하는 방사 도프를 연속 아라미드 섬유로 가공하는 단계를 포함하는, 공정.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 아라미드를 포함하는 방사 도프가, 상기 비연속 아라미드 섬유로부터 유도된 아라미드 이외의 아라미드, 바람직하게는 버진 아라미드 중합체를 포함하는, 공정.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 아라미드 섬유질 재료가 버진 아라미드 중합체를 포함하는, 공정.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 비연속 아라미드 섬유가 아라미드 솜켓, 아라미드 펄프, 아라미드 피브릴 및 아라미드 피브리드 중 적어도 하나를 포함하는, 공정.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 아라미드 솜켓의 길이가 0.1 내지 20mm, 바람직하게는 2 내지 10mm, 보다 바람직하게는 3 내지 8mm의 범위인, 공정.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 황산이 액체 또는 고체인, 공정.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 아라미드 섬유질 재료 또는 이의 일부에 무브먼트(movement)를 가하여 상기 아라미드 섬유질 재료를 응집시킨 후, 응집된 아라미드 섬유질 재료를 황산과 배합하는, 공정.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 무브먼트가 교반, 시프팅(shifting), 텀블링, 진탕, 진동, 낙하, 회전, 사이클론 혼합, 와류 혼합 및 이들의 임의의 조합으로부터 선택되는, 공정.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 아라미드가 파라-아라미드, 바람직하게는 파라-페닐렌 테레프탈아미드인, 공정.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 비연속 아라미드 섬유가, 아라미드를 포함하는 방사 도프 중 아라미드의 총 양의 1 내지 99wt%, 바람직하게는 2 내지 80wt% 또는 5 내지 60wt%, 보다 바람직하게는 10 내지 30wt%를 제공하는, 공정.

청구항 11

제2항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 아라미드 섬유질 재료가 비연속 아라미드 섬유와 버진 아라미드 중합체의 고체 예비 혼합물인, 공정.

청구항 12

제2항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 아라미드 섬유질 재료, 황산 및 버진 아라미드 중합체를 황산과 배합하여 방사 도프를 얻는, 공정.

청구항 13

제2항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서,

- 비연속 아라미드 섬유를 포함하는 아라미드 섬유질 재료를 황산과 배합하여, 아라미드를 포함하는 제1 방사 도프를 얻는 단계,
- 버진 아라미드 중합체와 황산을 배합하여, 아라미드를 포함하는 제2 방사 도프를 얻는 단계,
- 상기 제1 방사 도프와 상기 제2 방사 도프를 배합하는 단계 및
- 상기 제1 방사 도프와 상기 제2 방사 도프의 배합물을 연속 아라미드 섬유로 가공하는 단계를 포함하는, 공정.

청구항 14

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 기재된 공정에 의해 얻을 수 있는 연속 아라미드 섬유.

청구항 15

제14항에 있어서, 비-아라미드 중합체 및 (상기 섬유의 중량을 기준으로 하여) 1wt% 이상 99wt% 이하의 메타-아라미드, 바람직하게는 20wt% 이상 80wt% 이하의 메타-아라미드를 포함하는 중합체 블렌드를 포함하는, 연속 아라미드 섬유.

청구항 16

비-아라미드 중합체 및 (상기 섬유의 중량을 기준으로 하여) 1wt% 이상 99wt% 이하의 메타-아라미드, 바람직하게는 20wt% 이상 80wt% 이하의 메타-아라미드를 포함하는 중합체 블렌드를 포함하는, 연속 아라미드 섬유.

청구항 17

제14항 내지 제16항 중 어느 한 항에 있어서, (상기 섬유의 중량을 기준으로 하여) 50 내지 98wt%의 메타-아라미드, 1 내지 49wt%의 파라-아라미드 및 1 내지 49wt%의 비-아라미드 중합체를, 바람직하게는 55 내지 95wt%의 메타-아라미드, 3 내지 10wt% 파라-아라미드 및 2 내지 35wt%의 비-아라미드 중합체를, 보다 바람직하게는 93wt%의 메타-아라미드, 5wt%의 파라-아라미드 및 2wt%의 비-아라미드 중합체를 포함하는 중합체 블렌드를 포함하는, 연속 아라미드 섬유.

청구항 18

제17항에 있어서, 상기 비-아라미드 중합체가 천연 중합체, 재생 중합체, 열가소성 중합체 및 아라미드 이외의 강성 로드 중합체(rigid rod polymer) 중 적어도 하나로부터 선택되는, 연속 아라미드 섬유.

청구항 19

제17항 또는 제18항에 있어서, 상기 비-아라미드 중합체가 폴리에스테르, 폴리아미드 또는 아크릴 중합체로부터 선택되는, 연속 아라미드 섬유.

청구항 20

제14항 내지 제19항 중 어느 한 항에 있어서, 염료, 바람직하게는 양이온성 염료를 포함하는, 연속 아라미드 섬유.

청구항 21

제14항 내지 제20항 중 어느 한 항에 있어서, 설포산 그룹 함량이 적어도 0.001wt%(질량/질량 섬유)인, 연속 아라미드 섬유.

청구항 22

제14항 내지 제21항 중 어느 한 항에 있어서, 유기 용매 함량이 250ppm 미만, 바람직하게는 100ppm 미만, 보다 바람직하게는 50ppm 미만인, 연속 아라미드 섬유.

청구항 23

제14항 내지 제22항 중 어느 한 항에 기재된 연속 아라미드 섬유를 포함하는 멀티필라멘트 얀.

청구항 24

제23항에 기재된 멀티필라멘트 얀 또는 제14항 내지 제22항 중 어느 한 항에 기재된 연속 아라미드 섬유를 포함하는, 텍스타일 시트, 바람직하게는 패브릭.

청구항 25

제24항에 기재된 텍스타일 시트를 포함하는 보호복.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 출원은, 아라미드 섬유질 재료를 재활용(recycling)하기 위한 연속 공정에 관한 것이고, 상기 공정에 의해 얻을 수 있는 연속 아라미드 섬유에 관한 것이며, 중합체들의 블렌드를 포함하는 연속 아라미드 섬유에 관한 것이고, 상기 섬유들 중 어느 것을 포함하는 멀티필라멘트 얀에 관한 것이며, 텍스타일 시트 및 보호복에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 아라미드 섬유는 텍스타일, 부직포, 로프, 섬유-강화 복합재, 케이블, 내침투성 재료(예를 들면, 방탄 조끼), 타이어 및 컨베이어 벨트를 포함하는 다양한 응용 분야에 사용된다.

[0003] 생태학적 인식이 높아짐에 따라, 수명 말기(end-of-life) 제품의 폐기물 처리를 줄이고 또한 아라미드 섬유 재활용을 통해 버린 아라미드 섬유(즉, 100% 새로 생산된 중합체로부터 생산된 아라미드 섬유)의 양을 줄여 탄소 발자국을 줄이는 것이 바람직하다.

[0004] 아라미드 섬유를 재활용하는 널리 공지된 공정은, 펄프를, 즉 아라미드 스킷으로부터 피브릴화된 단섬유를 생산하는 것에 의한다. 그러나, 펄프는 몇몇 용도에만 적합하다. 또한, 펄프는 일반적으로 복합 재료에서 소량으로 사용되어, 사용 후 펄프를 재활용하기 어렵다. 이는 아라미드가 펄프 공정을 통해 재활용될 수 있는 횟수를 제한한다.

[0005] CN106564134A는 고체 중합체 클럼프(clump) 형태의 파라-아라미드 방사 폐기물을 처리하는 공정으로서, 상기 방사 폐기물은 수평 원심 분쇄기에 의해 분쇄되고, 파손된 스크랩은 소화 탱크로 이송되고, 상기 파손된 스크랩은 50 내지 200시간 동안 교반 하에 100 내지 300℃ 범위의 온도에서 산성 처리에 가해지고, 처리된 파손된 스크랩은 중화용 수산화물 용액이 첨가된 중화 탱크에 도입되고, 중화 후 현탁액이 여과되는 공정을 개시한다. 상기 공정은 비효율적이고, 경제적이지 않으며, 추가의 화학 처리 단계를 필요로 한다.

[0006] CN102560748은 생산으로부터의 연속 파라-아라미드 얀 또는 방사 도프 폐기물을 재활용하는 불연속 공정을 개시한다. 상기 공정은 연속 아라미드 얀의 해사, 건조, 포화 NaHCO₃ 용액에 몇 시간의 침지 및 세척을 포함하여 연속 아라미드 얀의 정교한 전처리 과정 후, 황산을 연속 얀에 첨가하여 상기 얀을 용해시킴을 필요로 한다. 상기 공정을 통해 스테이플 섬유 생산에 적합한 얀이 생성된다.

[0007] JP2006241271은 아라미드 공중합체 얀의 재활용 공정을 개시한다. 얀은 바람직하게는 열 연신되지 않은 얀, 즉 생산 폐기물이다. 섬유는 무기염, 바람직하게는 LiCl 또는 CaCl₂와 조합된 NMP를 함유하는 유기 아미드 용매와 접촉되고, 증가된 온도에서 혼합된다.

발명의 내용

[0008] 다양한 형태의 광범위한 아라미드 재료를 투입물로서 사용할 수 있고, 광범위한 응용 분야에서 사용될 수 있고

버진 아라미드 섬유에 필적하는 기계적 성질을 가질 수 있는 고품질 연속 아라미드 섬유를 생성할 수 있는 연속적이고 효율적인 재활용 공정에 대한 요구가 존재한다.

[0009] 이를 위해, 본 출원은 아라미드 섬유의 연속 재활용 공정으로서,

[0010] - 비연속 아라미드 섬유를 포함하는 아라미드 섬유질 재료를 황산과 배합하여, 아라미드를 포함하는 방사 도프를 얻는 단계 및

[0011] - 상기 아라미드를 포함하는 방사 도프를 연속 아라미드 섬유로 가공하는 단계를 포함하는 공정을 제공한다.

[0012] 본 발명의 공정의 출발 물질로서 사용되는 아라미드 섬유질 재료는 비연속 아라미드 섬유를 포함한다.

[0013] 비연속 아라미드 섬유는 길이(또는 최대 치수)가 최대 100cm, 바람직하게는 최대 50cm, 보다 바람직하게는 최대 20cm, 보다 더 바람직하게는 최대 10cm 또는 최대 5cm이다.

[0014] 섬유는 길이 대 폭(단면적을 가로질러 길이에 대해 수직임)의 비가 높은 비교적 가요성의 물질 단위로 이해해야 한다.

[0015] 본 발명의 공정은 연속 아라미드 섬유, 즉 길이가 100cm 초과인 아라미드 섬유를 생성한다. 일반적으로, 연속 섬유 또는 필라멘트는 연속 방사 공정으로 얻을 수 있는 길이가 거의 무제한이다. 바람직하게는, 본 발명의 공정에서 생성된 연속 아라미드 섬유는 멀티필라멘트 안이다.

[0016] 본 출원의 문맥에서, 용어 "길이"는 짧은 섬유의 경우 길이 가중 길이(LL)를, 긴 섬유의 경우 평균 길이를 나타낸다. 길이가 <250 μ m인 입자를 포함하여 길이가 6mm 이하인 단섬유(및 펄프, 피브릴 및 피브리드)의 경우, Pulp Expert™ FS(예를 들면, Metso)를 사용하여 길이 가중 길이를 측정할 수 있다.

[0017] 긴 섬유(>6mm)의 경우, 길이는 다음과 같이 계산할 수 있는 숫자에 의한 평균 섬유 길이(평균 길이, ML)를 나타낸다.

$$ML = \frac{\sum_{n=0}^{\infty} n \cdot L_n}{N}$$

[0018]

[0019] 상기 식에서, n은 특정 길이 Ln의 섬유 수이고, N은 총 섬유 수이다. 평균 길이는 섬유 길이 분포 시험기, 예를 들면, Classifiber(예를 들면, Kaisokki)로 측정할 수 있다.

[0020] 용어 "아라미드 방사 도프" 및 "아라미드를 포함하는 방사 도프"는 본원에서 상호 교환적으로 사용될 수 있다.

[0021] 본 발명의 공정의 출발 물질 중 하나인 아라미드 섬유질 재료는 일반적으로 재생되는 아라미드 섬유로부터 얻어지거나 이를 포함한다. 아라미드 섬유질 재료는 소비자-사후(post-customer) 아라미드 폐기물, 즉 로프, 내침투성 물품(article)(예를 들면, 방탄 조끼), 패브릭(직물 또는 편물), 부직포, 종이, 아라미드 섬유를 포함하는 복합재, 케이블, 타이어의 보강층, 광섬유 케이블, (임빌리컬) 호스, 단방향 차폐 등을 포함하지만 이로 제한되지 않는 제품에 사용되었고 수명 말기(end-of-life)에 도달한 재료에서 유래될 수 있다. 이러한 폐기물은 아라미드 이외의 다른 재료를 포함할 수 있고/있거나 아라미드 섬유 이외의 섬유, 예를 들면, 아라미드 섬유 및 폴리아미드 섬유 또는 폴리에틸렌 테레프탈레이트 섬유를 포함하는 하이브리드 섬유 또는 하이브리드 패브릭 재료도 포함할 수 있다.

[0022] 아라미드 섬유질 재료는 소비자-사전(pre-customer) 아라미드 폐기물, 즉 생산 공정 동안 생성된 폐기물, 예를 들면, 생산 또는 전환 공정 동안 생성된 아라미드 섬유 폐기물 또는 품질이 낮은 아라미드 안으로부터 유래될 수 있다.

[0023] 폐기물은, 재활용되는 폐기물의 형태에 따라, 예를 들면, 절단, 톱질(chopping), 파쇄, 밀링, 세절(shredding), 해머링(hammering) 또는 상기 방법들의 조합에 의한 크기 감소 단계를 거쳐 아라미드 섬유질 재료를 얻을 수 있다. 또한, 공정을 시작하기 전에 재활용되는 폐기물 또는 아라미드 섬유질 재료로부터 유해 성분(예를 들면, 마감제)을 제거할 수 있다. 바람직하게는, 전처리 및 상기 방법은 황산과 접촉되기 전에 재활용되는 재료 또는 아라미드 섬유질 재료의 알칼리 처리를 포함하지 않는다.

[0024] 아라미드 섬유질 재료는 비연속 아라미드 섬유를 포함하며, 이는 예를 들면 솜뿔, 펄프, 직물 패브릭 또는 편물 패브릭의 조각, 부직포 조각 또는 종이 조각 또는 이들의 임의의 혼합물 형태일 수 있다. 비연속 아라미드 섬유

유 이외에, 아라미드 섬유질 재료는 다른 비-아라미드 섬유 및 비섬유 물질을 포함할 수 있으며, 비섬유 물질은 버진 아라미드 중합체 및/또는 재활용되는 물질로부터 유래된 비섬유 물질을 포함한다. 비연속 아라미드 섬유 및 기타 임의로 존재하는 섬유는 함께 아라미드 섬유질 재료의 섬유 성분을 형성한다.

- [0025] 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 (상기 아라미드 섬유질 재료의 중량을 기준으로 하여) 적어도 50wt%의 비연속 아라미드 섬유, 바람직하게는 적어도 70wt%의 비연속 아라미드 섬유, 바람직하게는 적어도 80wt% 또는 심지어 적어도 90wt%의 비연속 아라미드 섬유를 포함할 수 있다.
- [0026] 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 (상기 아라미드 섬유질 재료의 섬유 성분의 중량을 기준으로 하여) 적어도 50wt%의 비연속 아라미드 섬유, 바람직하게는 적어도 70wt%의 비연속 아라미드 섬유, 바람직하게는 적어도 80wt% 또는 심지어 적어도 90wt%의 비연속 아라미드 섬유를 포함할 수 있다.
- [0027] 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 아라미드 섬유 이외에 적어도 하나의 유형의 섬유(비-아라미드 섬유로 나타냄)를, 예를 들면 (상기 아라미드 섬유질 재료의 중량을 기준으로 하여) 최대 50wt%의 비-아라미드 섬유, 바람직하게는 최대 30wt%의 비-아라미드 섬유, 보다 바람직하게는 최대 20wt%, 보다 바람직하게는 최대 10wt%, 가장 바람직하게는 최대 5wt%의 비-아라미드 섬유를 포함할 수 있다.
- [0028] 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 아라미드 섬유 이외에 적어도 하나의 유형의 섬유(비-아라미드 섬유로 나타냄)를, 예를 들면 (상기 아라미드 섬유질 재료의 섬유 성분의 중량을 기준으로 하여) 최대 50wt%의 비-아라미드 섬유, 바람직하게는 최대 30wt%의 비-아라미드 섬유, 보다 바람직하게는 최대 20wt%, 보다 바람직하게는 최대 10wt%, 가장 바람직하게는 최대 5wt%의 비-아라미드 섬유를 포함할 수 있다.
- [0029] 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 다음 비-아라미드 섬유 중 적어도 하나를 포함할 수 있다: 열가소성 섬유, 천연 섬유, 재생 섬유 또는 아라미드 이외의 강성 로드 중합체(rigid rod polymer)로 제조된 섬유.
- [0030] 열가소성 섬유는 널리 공지되어 있으며, 예를 들면, 아크릴 섬유(예를 들면, 모드아크릴 섬유), 폴리아미드 섬유(예를 들면, 나일론 섬유) 및 폴리에스테르 섬유를 포함한다. 천연 섬유 및 재생 섬유는 예를 들면, 면 섬유, 셀룰로오스 섬유, 비스코스 섬유(예를 들면, 레이온 또는 라이오셀 섬유)를 포함한다. 아라미드 섬유 이외의 강성 로드 중합체 섬유는 예를 들면, 폴리벤즈이미다졸(PBI) 섬유 및 폴리벤조비스옥사졸(PBO) 섬유이다. 예를 들면, 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 아라미드 섬유, 바람직하게는 메타-아라미드 섬유 및 비-아라미드 섬유를 포함할 수 있다. 바람직하게는, 비-아라미드 섬유는 천연 섬유, 재생 섬유, 열가소성 섬유 및 아라미드 이외의 강성 로드 중합체로 제조된 섬유 중 적어도 하나로부터 선택된다.
- [0031] 본 발명의 아라미드 섬유질 재료 및 본 발명의 아라미드 섬유질 재료의 섬유 성분이 아라미드 섬유를 대다수로 포함하는 것이 바람직하지만, 본 발명의 공정은 일 양태에서, (상기 기준으로 아라미드 섬유질 재료의 중량을 기준으로 하거나, 상기 아라미드 섬유질 재료의 섬유 성분의 중량을 기준으로 하여) 1 내지 99wt%의 아라미드 섬유, 바람직하게는 메타-아라미드 섬유 및 99 내지 1wt%의 비-아라미드 섬유를, 바람직하게는 20 내지 80wt% 아라미드 섬유, 보다 바람직하게는 메타-아라미드 섬유 및 80 내지 20wt%의 비-아라미드 섬유를 포함하는 아라미드 섬유질 재료에도 적용될 수 있다.
- [0032] 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 메타-아라미드 섬유, 파라-아라미드 섬유 및 비-아라미드 섬유의 조합을 포함할 수 있고, 비-아라미드 섬유는 바람직하게는 천연 섬유, 재생 섬유 및/또는 열가소성 섬유로부터 선택된다. 바람직하게는, 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 20wt% 미만의 열가소성 섬유를 포함한다.
- [0033] 일 양태에서, 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 메타-아라미드 섬유, 파라-아라미드 섬유 및 비-아라미드 섬유, 바람직하게는 대전 방지 비-아라미드 섬유를 포함한다.
- [0034] 본 발명의 아라미드 섬유질 재료가 (상기 아라미드 섬유질 재료의 중량을 기준으로 하거나, 상기 아라미드 섬유질 재료의 섬유 성분의 중량을 기준으로 하여) 50 내지 98wt%의 메타-아라미드 섬유, 1 내지 49wt%의 파라-아라미드 섬유 및 1 내지 49wt%의 비-아라미드 섬유를, 바람직하게는 55 내지 95wt%의 메타-아라미드 섬유, 3 내지 10wt%의 파라-아라미드 및 2 내지 35wt%의 비-아라미드 섬유를 포함하는 양태가 바람직하다.
- [0035] 일 양태에서, 본 발명의 아라미드 섬유질 재료 또는 본 발명의 아라미드 섬유질 재료의 섬유 성분은 65 내지 95wt%의 메타-아라미드 섬유, 1 내지 34wt%의 파라-아라미드 섬유 및 1 내지 4wt%의 대전 방지 섬유(예를 들면, 폴리에스테르계, 폴리아미드계 또는 아크릴계 대전 방지 섬유)를, 특히 93wt%의 메타-아라미드 섬유, 5wt%의 파라-아라미드 섬유 및 2wt%의 대전 방지 섬유를 포함한다. 대전 방지 섬유는 전기 전도성 아크릴 섬유, 예를 들면, 전기 전도성 탄소를 아크릴 섬유로 혼련하여 얻어지는 섬유, 전기 전도성 미립자를 함유하는 코어부 및 전

기 전도성 미립자를 함유하지 않는 시스(sheath)부를 포함하는 시스-코어 접합 섬유 등을 포함할 수 있다. 특히, 대전 방지 섬유는 시스-코어 접합 섬유(또는 편심 시스-코어 접합 섬유)일 수 있으며, 여기서 시스부는 전기 전도성 미립자를 함유하지 않는 아크릴로 이루어지고, 코어부는 전기 전도성 탄소-함유 중합체로 이루어지는 등이다.

[0036] 또 다른 양태에서, 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 파라-아라미드 섬유 및 아라미드 이외의 강성 로드 중합체(예를 들면, PBI, PBO)를, 예를 들면 (상기 아라미드 섬유질 재료의 중량을 기준으로 하거나, 상기 아라미드 섬유질 재료의 섬유 성분의 중량을 기준으로 하여) 5 내지 95wt%의 파라-아라미드 섬유 및 95 내지 5wt%의 아라미드 이외의 강성 로드 중합체로 제조된 섬유를, 바람직하게는 10 내지 90wt% 파라-아라미드 섬유 및 90 내지 10wt%의 아라미드 이외의 강성 로드 중합체로 제조된 섬유를 포함한다.

[0037] 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 섬유 이외의 재료 및 아라미드 중합체 이외의 재료, 예를 들면, 소량의 열가소성 또는 열경화성 수지, 유기 또는 무기 충전제, 안료, 염료 및 염을 포함할 수 있다. 일반적으로, 아라미드 섬유질 재료의 섬유는 마감재를 포함한다. 바람직하게는, 섬유 이외의 그리고 아라미드 중합체 이외의 이러한 재료는 (상기 아라미드 섬유질 재료의 중량을 기준으로 하여) 최대 20wt%, 보다 바람직하게는 최대 10wt%, 가장 바람직하게는 최대 5wt%의 양으로 존재한다. 유해한 비섬유질 재료는 추가의 처리 전에 제거될 수 있다. 예를 들면, 불소-함유 마감재가 제거될 수 있다.

[0038] 일 양태에서, 본 발명의 아라미드 섬유질 재료에 포함된 비연속 아라미드 섬유는 아라미드 스틱(아라미드 스틱 섬유로도 나타냄), 아라미드 펄프, 아라미드 테이프, 아라미드 피브릴 및 아라미드 피브리드 중 적어도 하나로 부터 선택된다. 스틱은 짧은 필라멘트를 포함하며, 예를 들면 연속 얇, 패브릭 또는 직조 재료를 절단하여 얻을 수 있다.

[0039] 펄프는 피브릴의 형성으로 이어지는 전단력이 가해진 짧은 섬유로 구성되며, 이는 원래 섬유의 "줄기"에 대부분 연결되는 동시에 보다 더 얇은 피브릴은 보다 더 두꺼운 피브릴로부터 박리된다. 이러한 피브릴은 곱슬거리고 종종 리본형이며, 다양한 길이 및 두께를 나타낸다.

[0040] 피브리드는 이들의 치수들 중 하나가 μm 오더인 작은 비과립형 비강성 필름형 입자이다. 보다 정확한 정의는 US 2,999,788에 제공되어 있으며, 여기서 피브리드 입자는 워터리프(waterleaf) 형성능을 가져야 하는 것으로 추가로 정의된다. 또한, 상당한 중량의 스테이플 섬유의 결합능이 있어야 한다.

[0041] 일 양태에서, 아라미드 스틱의 길이는 0.1 내지 20mm, 바람직하게는 1 내지 15mm, 보다 바람직하게는 2 내지 10mm, 보다 더 바람직하게는 3 내지 8mm의 범위이다.

[0042] 바람직하게는, 아라미드 스틱은 좁은 길이 분포를 갖는다.

[0043] 일 양태에서, 아라미드 스틱의 길이 분포는 필라멘트들 중 적어도 50wt%가 길이 분포 곡선의 피크 최대값의 길이의 30% 이내인 길이를 갖도록 한다. 바람직하게는, 필라멘트들 중 적어도 70wt%는 길이 분포 곡선의 피크 최대값의 길이의 30% 이내인 길이를 갖는다.

[0044] 일 양태에서, 길이 분포가 다중 모드가 되도록 상이한 길이들의 아라미드 스틱들이 조합된다. 이러한 양태에서, 필라멘트들 중 적어도 90wt%, 바람직하게는 적어도 95wt%의 길이는 최대 20mm, 바람직하게는 최대 10mm, 보다 바람직하게는 최대 8mm이다.

[0045] 일 양태에서, 비연속 아라미드 섬유는 아라미드 스틱 섬유로 이루어진다.

[0046] 아라미드를 포함하는 방사 도프를 형성하기 위해 아라미드 섬유질 재료를 용해시키는 데 사용되는 용매는 황산이다.

[0047] 바람직하게는, 황산의 농도는 적어도 95%, 보다 바람직하게는 적어도 98%, 보다 더 바람직하게는 적어도 99%이다.

[0048] 일 양태에서, 황산의 농도는 적어도 100%, 또는 심지어 적어도 102%이다. 농도가 100% 초과인 황산은 황산과 발연황산(oleum)을 조합하여 얻을 수 있다.

[0049] 농도가 적어도 100%인 황산은 수분 함량이 1 또는 2wt% 초과인 아라미드 섬유질 재료와 조합하는 데 특히 적합하다.

[0050] 바람직하게는, 본 발명의 아라미드 섬유질 재료의 수분 함량은 최대 10wt%, 바람직하게는 최대 5wt%, 보다 바람

직하게는 최대 1wt%이다.

- [0051] 본 발명의 아라미드 섬유질 재료의 수분 함량은 3 내지 5g의 아라미드 섬유질 재료를 칭량하고, 마이크로웨이브에서 600W로 3분 동안 가열하여 상기 아라미드 섬유질 재료를 건조시키고, 후속적으로 상기 재료를 다시 칭량하여 중량 손실을 측정함으로써 측정된다. 다르게는, 140℃에서 적외선 조사를 사용하는 수분 분석기를 사용하여 수분 함량을 측정할 수 있다.
- [0052] 황산 농도는 아라미드 섬유질 재료와 함께 도입된 물을 흡수하도록 선택될 수 있다. 상기 물은 용매의 일부로 간주된다. 초기 황산 농도는 용매(아라미드 섬유질 재료로부터의 물을 포함함) 중 황산 농도가 바람직하게는 적어도 98%, 적어도 99%, 적어도 99.5% 또는 심지어 적어도 99.8%가 되도록 선택된다.
- [0053] 황산은 액체 또는 고체 형태일 수 있다. 고체 황산은 황산을 응고 온도 미만에서 동결시켜 얻어진다.
- [0054] 본 발명의 공정은 연속 공정이다. 이는 아라미드 섬유질 재료와 황산을 혼합하는 단계가 연속적이고/이거나 방사 도프의 처리가 연속적임을 의미한다.
- [0055] 바람직하게는, 본 발명의 공정에서, 아라미드 섬유질 재료 및 황산이 혼합 장치에서 연속 유동으로 혼합되어 아라미드를 포함하는 방사 도프가 생성된다. 바람직하게는, 혼합 장치는 연속적인 출류(out-flow)를 가지며, 혼합 장치로의 입류(in-flow)는 연속적일 수 있거나 배척식일 수 있다. 바람직하게는, 방사 도프의 모든 성분이 배합된 후에 연속 유동이 존재한다.
- [0056] 혼합 장치는 예를 들면 혼련기 또는 압출기, 바람직하게는 단일 샤프트 혼련기, 이중 샤프트 혼련기, 단일 스크류 압출기 또는 트윈 스크류 압출기일 수 있다.
- [0057] 바람직하게는, 혼합 장치의 연속 출류는 연속 아라미드 섬유로 직접적으로 연속적으로 가공된다.
- [0058] 고체 황산이 사용되는 양태에서, 혼합은 -5 내지 10℃ 범위의 초기 온도, 보다 바람직하게는 0 내지 8℃ 범위의 온도에서 실시된다. 후속적으로, 아라미드 방사 도프의 온도는 50 내지 100℃, 바람직하게는 70 내지 90℃ 범위의 온도로 상승된다.
- [0059] 액체 황산이 사용되는 양태에서, 혼합 및 혼합된 아라미드 방사 도프의 방사는 20 내지 120℃ 범위의 온도, 보다 바람직하게는 50 내지 90℃ 범위의 온도에서 실시된다. 이러한 양태에서, 혼합 장치는, 바람직하게는 아라미드 섬유질 재료와 황산의 효율적인 혼합 및 후속적인 아라미드 섬유질 재료의 용해를 위해, 높은 전단 속도를 생성하는 설정으로 사용된다.
- [0060] 본 발명의 공정의 일 양태에서, 하나의 방사 도프는 액체 황산을 기반으로 제조되고, 하나의 방사 도프는 고체 황산을 기반으로 제조된다. 두 방사 도프 모두 후속적으로 배합되어 배합된 방사 도프를 형성하고, 이는 연속 섬유로 가공된다.
- [0061] 아라미드 섬유질 재료 및 임의로 존재하는 아라미드 중합체는, 아라미드를 포함하는 방사 도프의 충분한 균질성을 보장하기에 충분한 체류 시간 동안 혼합 장치에서 혼합되는 동안 황산 중에 잔류해야 한다. 바람직하게는, 혼합 장치에서의 체류 시간은 혼합 장치 및 고체 또는 액체 황산의 사용에 따라, 5분 내지 30시간의 범위이다. 고체 황산이 사용되는 경우, 혼합 장치에서의 체류 시간은 바람직하게는 4 내지 30시간의 범위, 바람직하게는 5 내지 10시간의 범위이고, 액체 황산이 사용되는 경우, 체류 시간은 바람직하게는 5분 내지 4시간의 범위이다. 트윈 스크류 압출기를 사용하는 경우, 체류 시간은 5 내지 30분의 범위일 수 있다.
- [0062] 바람직하게는, 아라미드 방사 도프의 아라미드 농도는 12 내지 22wt%이다. 바람직하게는, 방사 도프는 아라미드 방사 도프의 중량을 기준으로 하여, 15 내지 21wt%의 파라-아라미드 농도, 보다 더 바람직하게는 18 내지 20wt%의 파라-아라미드 농도를 갖는다. 또 다른 양태에서, 방사 도프는 방사 도프의 중량을 기준으로 하여, 12 내지 20wt%, 바람직하게는 15 내지 18wt%의 메타-아라미드 농도를 갖는다.
- [0063] 방사 도프 중 중합체의 농도는 아라미드 섬유질 재료가 비-아라미드 섬유를 포함하는 양태에서 아라미드의 농도보다 높을 수 있다. 방사 도프 중 중합체의 총 농도는 12 내지 30wt%, 바람직하게는 14 내지 25wt%의 범위일 수 있다.
- [0064] 방사 도프는 추가의 가공 전에 예를 들면 용해되지 않은 물질이 제거되도록 필터링될 수 있다.
- [0065] 아라미드 방사 도프는 널리 공지된 건식 제트 습식 방사 방법에 의해 연속 아라미드 섬유로 가공된다. 이러한 방법은 예를 들면 US3414645 및 US4016236에 보다 더 자세히 설명되어 있다. 건식 제트 습식 방사 방법은 액체

방사 도프를 비우고 기체 분위기, 예를 들면, 공기로 압출하고, 그 직후에 응고욕(coagulation bath)으로 압출함을 포함한다. 방사 매쓰(mass)가 통과하는 공기 영역(에어 잭으로도 나타냄)에서 아라미드가 인발된다.

- [0066] 응고 후, 형성된 필라멘트는 응고욕에서 제거되고, 세척되고, 건조되고, 보빈에 권취된다. 일 양태에서, 제1 세척 단계 후, 필라멘트는 중화되고, 건조되기 전에 다시 세척된다. 필라멘트는 보빈에 권취되기 전 또는 후에 습식 또는 고온 인발 단계를 거칠 수 있다.
- [0067] 에어 잭의 길이는 2 내지 100mm일 수 있고, 바람직하게는 4 내지 20mm, 보다 바람직하게는 6 내지 15mm일 수 있다.
- [0068] 응고욕의 조성은 다를 수 있다. 이는 전체적으로 또는 부분적으로 물 또는 기타 물질, 예를 들면, 염기, 산, 염 및 유기 용매로 구성될 수 있다. 응고욕은 바람직하게는 농도가 0 내지 40wt%, 바람직하게는 5 내지 20wt% 인 묽은 수성 황산으로 이루어진다. 일 양태에 따르면, 응고욕은 희석된 부식성 수용액, 예를 들면, 농도가 0 내지 10wt%, 바람직하게는 0.05 내지 5wt%, 특히 0.1 내지 1wt%인 NaOH 수용액으로 이루어질 수 있다. 다른 양태에 따르면, 응고욕의 pH는 4 내지 11, 바람직하게는 5 내지 10, 특히 6 내지 8이다. 응고욕은 물, 특히 연수 또는 탈염수로 이루어질 수 있다.
- [0069] 응고욕의 온도는 원하는 임의의 값을 가질 수 있다. 다른 방사 조건에 따라, 응고욕의 온도는 일반적으로 -10 내지 50℃, 바람직하게는 0 내지 25℃의 범위이다.
- [0070] 아라미드를 포함하는 방사 도프는 비연속 아라미드 섬유로부터 유래된 아라미드 이외의 아라미드, 바람직하게는 버진 아라미드 중합체를 포함할 수 있다.
- [0071] 본 발명의 공정의 이러한 양태에서, 재생되는 아라미드 섬유질 재료 및 버진 아라미드 중합체 둘 다 방사 도프의 아라미드에 대한 공급원으로서 조합되어 사용된다. 따라서, 아라미드 섬유질 재료, 황산 및 버진 아라미드 중합체는 황산과 배합되어 방사 도프가 얻어진다.
- [0072] 일 양태에서, 본 발명의 아라미드 섬유질 재료는 버진 아라미드 중합체를 추가로 포함할 수 있다.
- [0073] 본 발명의 적용의 맥락에서, 버진 아라미드 중합체는 본 발명의 공정 이전에 용매 기반 방사 방법에 의해 성형품 또는 배향된 물품으로 가공되지 않은 아라미드 중합체를 나타낸다. 이러한 버진 아라미드 중합체는 중합에 의해 얻을 수 있다. 버진 아라미드 중합체는 중합 후 세척 및 건조되었을 수 있다. 버진 아라미드 중합체는 크럼(crumb) 또는 분말 형태일 수 있다.
- [0074] 버진 파라-아라미드 중합체가 사용되는 경우, 이는 본 발명의 공정 이전에 황산과 접촉되지 않았다. 이러한 버진 파라-아라미드 중합체의 설포산 그룹 함량은 최대 0.5meq/kg 중합체, 바람직하게는 최대 0.1meq/kg이다.
- [0075] 버진 아라미드 중합체와 대조적으로, 본 발명의 아라미드 섬유질 재료에 포함된 비연속 아라미드 섬유는 방사 또는 가공 용매와, 특히 아라미드 섬유질 재료가 황산으로부터 방사된 경우에는 예를 들면 황산과 이전에 접촉되어 있다. 이는 일반적으로 폴리(파라-페닐렌 테레프탈아미드)(PPTA) 비연속 섬유를 포함하는 아라미드 섬유질 재료의 경우이다. 이러한 재활용되는 물질은 원래 생성될 때 황산과 접촉했었다. 따라서, 이러한 비연속 파라-아라미드 섬유의 설포산 그룹 함량은 적어도 1meq/kg 섬유, 일반적으로 적어도 5meq/kg 섬유일 수 있다.
- [0076] 버진 아라미드 중합체의 설포산 그룹 함량은 중합체의 분해 후에 측정된다. 이는 아라미드를 약 2%의 물과 함께 메탄 설포산에 용해시키고, 적어도 100시간 동안 85℃로 가열함으로써 수행된다. 후속적으로, 고성능 액체 크로마토그래피(HPLC, 컬럼: Phenomenex Gemini C18; 150x4.6mm; dp = 5 μ m, 온도: 40℃, 유량: 1.0ml/min, 용리액 A: 암모늄 아세테이트 완충액 0.01M pH 8.3, 용리액 B: 메탄올)를 수득된 단량체에 대해 수행하여 설포산 그룹의 수를 측정한다. HPLC는 다음과 같이 용리액 A로부터 용리액 B로의 구배 프로그램을 사용하여 수행된다. 시작 시 유동은 100% 용리액 a를 함유하고, 이를 5분 동안 유지한다. 후속적으로, 용리액을 1분의 기간 동안 20%의 A 및 80%로 전환하고, 이 조성에서 5분 동안 더 유지한다. 다음으로, 용리액을 1분의 기간 동안 100%의 A로 다시 전환한 후, 실험이 종료되기 전에 5분 동안 더 유지한다.
- [0077] 연속 아라미드 섬유((메타-)아라미드 블렌드 섬유를 포함함), 아라미드 섬유질 재료 및 비-아라미드 섬유의 설포산 그룹 함량은 버진 아라미드 중합체와 동일한 방법으로 측정된다.
- [0078] 본 명세서의 문맥에서, 아라미드는 아미드 단편을 통해 서로 직접 연결된 방향족 단편들을 포함하거나 이들로 구성된 방향족 폴리아미드를 나타낸다. 아라미드의 합성 방법은 당업자에게 공지되어 있으며, 일반적으로 방향족 디아민과 방향족 이산(diacid) 할라이드의 중축합을 포함한다. 아라미드는 메타 형태 및 파라 형태로 존재

할 수 있으며, 이들 둘 다 사용할 수 있다.

- [0079] 본 출원의 목적을 위해, 용어 파라-아라미드는 방향족 모이어티들 사이의 파라-배향 결합이 적어도 60%, 바람직하게는 적어도 80%, 보다 바람직하게는 적어도 90%인 완전 방향족 폴리아미드 중합체 및 공중합체 부류를 나타낸다. 일 양태에서, 결합들 중 적어도 95% 또는 전부(즉, 100%)가 파라-배향 결합이다.
- [0080] 일반적인 파라-아라미드는 폴리(파라-페닐렌 테레프탈아미드)(PPTA), 폴리(4,4'-벤즈아닐리드 테레프탈아미드), 폴리(파라-페닐렌-4,4'-비페닐렌 디카복사아미드) 및 폴리(파라-페닐렌-2,6-나프탈렌 디카복사아미드), 5,4'-디아미노-2-페닐벤즈이미다졸 또는 폴리(파라-페닐렌-co-3,4'-옥시디페닐렌 테레프탈아미드) 또는 이들의 공중합체이다.
- [0081] 본 출원의 목적을 위해, 용어 메타-아라미드는 방향족 모이어티들 사이의 메타-배향 결합이 적어도 60%, 바람직하게는 적어도 80%, 보다 바람직하게는 적어도 90%인 완전 방향족 폴리아미드 중합체 및 공중합체 부류를 나타낸다. 일 양태에서, 결합들 중 적어도 95% 또는 전부(즉, 100%)가 메타-배향 결합이다. 따라서, 방향족 모이어티들 사이의 아미드 결합은 방향족 환의 메타-배향 또는 거의 메타-배향 위치에 실질적으로 위치한다(예를 들면, 1,3-페닐렌 그룹 또는 1,3-나프탈렌 그룹에서와 같이). 일 양태에서, 메타-아라미드는 m-페닐렌 이외의 방향족 모이어티를 최대 5mol% 포함하는 co-폴리(m-페닐렌 이소프탈아미드)이다. 다른 양태에서, 메타-아라미드는 폴리(m-페닐렌 이소프탈아미드)이다.
- [0082] 본 출원의 목적을 위해, 용어 아라미드는 일반적으로 메타-아라미드로 분류되는 폴리아미드-이미드를 포함한다. 이러한 폴리아미드-이미드는 디이소시아네이트(예를 들면, 페닐렌 디이소시아네이트)와 산 무수물(예를 들면, 트리멜리트산 무수물)의 중축합에 의해 생성된다. 이러한 방향족 폴리아미드-이미드에서 유래된 섬유는 브랜드 Kermel® 하에 판매된다.
- [0083] 바람직하게는, 비연속 아라미드 섬유는 폴리(파라-페닐렌 테레프탈아미드)(PPTA) 및/또는 폴리(m-페닐렌 이소프탈아미드)를 포함하거나 이로 이루어진다.
- [0084] 일 양태에서, 본 발명의 아라미드 섬유질 재료 또는 이의 적어도 일부에 무브먼트(movement)가 가해져 상기 아라미드 섬유질 재료가 응집된 후, 응집된 아라미드 섬유질 재료가 황산과 배합된다. 이 단계에서, 아라미드 섬유질 재료는 투입을 용이하게 하는 미립자 형상으로 형성된다. 응집된 아라미드 섬유질 재료의 미립자 형상은 응집 전의 아라미드 섬유질 재료의 형상과 상이하다. 응집에 의해 비연속 아라미드 섬유들이 서로 연결되어 조밀화된다.
- [0085] 따라서, 입자 형태의 응집된 아라미드 섬유질 재료는 상기 아라미드 섬유질 재료와 동일한 중량의 양에 비해 밀도가 더 높고 표면적이 더 낮다. 바람직하게는, 입자는 자유 유동성, 즉 이들이 서로 얽히거나(entwine), 달라붙거나, 접촉되지 않는 별도의 입자이다.
- [0086] 투입의 우수한 제어는 효율적이고 잘 제어할 수 있는 연속 공정을 사용 가능하게 한다. 용어 "입자" 및 "미립자"는 상호 교환적으로 사용될 수 있으며, 별개의 3차원 형상의 물체를 나타낸다. 입자는 예를 들면 일반적으로 구 형상, 연신된 형상, 콩 형상 또는 달걀 형상을 포함하는 다양한 형상들 중 어느 것을 가질 수 있다. 특정 양태에서, 입자의 종횡비는 1:1(완전한 구) 내지 1:100 이하, 1:50 이하, 1:20 이하, 또는 일부 경우에는 1:10 이하 또는 1:5 이하이다. 본원에서 사용되는 입자의 "종횡비"는 입자의 가장 긴 치수의 길이에 대한 입자의 가장 짧은 치수의 길이의 비이다.
- [0087] 바람직하게는, 응집된 아라미드 섬유질 재료의 평균 입자 크기는 1 내지 30mm, 바람직하게는 5 내지 20mm의 범위이고, 여기서 입자 크기는 입자의 가장 긴 치수의 길이를 나타낸다.
- [0088] 일 양태에서, 아라미드 섬유질 재료에 가해지는 무브먼트는 교반, 시프팅(shifting), 텀블링, 진탕, 진동, 낙하, 회전, 사이클론 혼합, 와류 혼합 및 이들의 임의의 조합으로부터 선택된다.
- [0089] 아라미드 섬유질 재료가 비연속 아라미드 섬유 및 버진 아라미드 중합체를 포함하는 양태에서, 비연속 아라미드 섬유 및 버진 아라미드 중합체는 고체 예비 혼합물을 생성하도록 미리 혼합된 후 황산과 배합될 수 있다.
- [0090] 바람직한 양태에서, 고체 예비 혼합물은 비연속 아라미드 섬유 및 버진 아라미드 중합체를 포함하는 아라미드 섬유질 재료로 이루어진다. 상기 설명된 바와 같이, 아라미드 섬유질 재료는 버진 아라미드 중합체 이외의 다른 비-아라미드 섬유 및 비섬유 재료를 추가로 포함할 수 있다.
- [0091] 일 양태에서, 고체 예비 혼합물은 비연속 아라미드 섬유 및 버진 아라미드 중합체로 이루어진다. 비연속 아라

미드 섬유 및 버진 아라미드 중합체를 포함하는 아라미드 섬유질 재료는 상기한 바와 같이 아라미드 섬유질 재료를 응집시키기 위해 무브먼트될 수 있다.

- [0092] 다르게는, 비연속 아라미드 섬유 및 버진 아라미드 중합체는 동시에, 교대로 또는 연속적으로 황산에 별도로 첨가될 수 있다.
- [0093] 일 양태에서, 본 발명의 공정은 다음 단계를 포함한다:
- [0094] - 비연속 아라미드 섬유를 포함하는 아라미드 섬유질 재료를 황산과 배합하여, 아라미드를 포함하는 제1 방사 도프를 얻는 단계,
- [0095] - 버진 아라미드 중합체와 황산을 배합하여, 아라미드를 포함하는 제2 방사 도프를 얻는 단계,
- [0096] - 상기 제1 방사 도프와 상기 제2 방사 도프를 배합하는 단계 및
- [0097] - 상기 제1 방사 도프와 상기 제2 방사 도프의 배합을 연속 아라미드 섬유로 가공하는 단계.
- [0098] 상기 공정의 일 양태에서, 제1 방사 도프는 액체 황산으로 제조되고, 제2 방사 도프는 고체 황산으로 제조된다. 두 방사 도프 모두 예를 들면, 고체 황산으로 제조된 방사 도프를 액체 황산으로 제조된 방사 도프를 포함하는 혼련기 또는 압출기에 투입함으로써(또는 그 반대로), 혼련기 또는 압출기에서 배합될 수 있다.
- [0099] 아라미드 섬유질 재료, 방사 도프, 또는 제1 방사 도프와 제2 방사 도프의 배합이 비연속 아라미드 섬유 및 버진 아라미드 중합체를 포함하는 양태에서, 아라미드의 공급원 둘 다 결국 황산에 용해된다.
- [0100] 일 양태에서, 비연속 아라미드 섬유는 (방사 도프 중 아라미드의 중량을 기준으로 하여) 1 내지 99wt%, 바람직하게는 2 내지 80wt% 또는 5 내지 60wt%의, 아라미드 방사 도프 중 아라미드의 총량을 제공한다.
- [0101] 일 양태에서, 버진 아라미드 중합체는 (방사 도프 중 아라미드의 중량을 기준으로 하여) 99 내지 1wt%, 바람직하게는 98 내지 20wt% 또는 95 내지 40wt%, 보다 바람직하게는 90 내지 70wt%의, 아라미드 방사 도프 중 아라미드의 총량을 제공한다.
- [0102] 일 양태에서, 비연속 아라미드 섬유 및 버진 아라미드 중합체는 각각 아라미드 방사 도프 중 아라미드 총량의 50wt%를 제공한다. 상기 아라미드 방사 도프 중 아라미드의 총량의 [비연속 아라미드 섬유]와 [버진 아라미드 중합체] 사이의 비는 1:99 내지 99:1, 바람직하게는 2:80 내지 80:2, 보다 바람직하게는 10:90 내지 90:10 또는 30:70 내지 70:30일 수 있다. 40:60 내지 60:40의 비가 바람직하다.
- [0103] 바람직한 양태에서, 아라미드 섬유를 재활용하기 위한 연속 공정은 다음 단계를 포함한다:
- [0104] - 비연속 아라미드 섬유를 포함하는 아라미드 섬유질 재료를 황산과 배합하여 아라미드 방사 도프를 얻는 단계 및
- [0105] - 상기 아라미드 방사 도프를 연속 아라미드 섬유로 가공하는 단계로서, 상기 아라미드 섬유질 재료는 버진 아라미드 중합체를 추가로 포함하고, 상기 아라미드 섬유질 재료는 입자로 응집된 후 응집된 아라미드 섬유질 재료가 황산과 배합되는 단계.
- [0106] 상기 양태의 보다 바람직한 버전에서, 비연속 아라미드 섬유는, 바람직하게는 길이가 0.1 내지 20mm의 범위, 보다 바람직하게는 1 내지 10mm의 범위인 아라미드 스펙이다.
- [0107] 다른 양태에서, 아라미드 섬유를 재활용하기 위한 연속 공정은 다음 단계를 포함한다:
- [0108] - 비연속 아라미드 섬유를 포함하는 아라미드 섬유질 재료를 응집하는 단계,
- [0109] - 응집된 아라미드 섬유질 재료를 황산과 배합하여 아라미드 방사 도프를 얻는 단계 및
- [0110] - 상기 아라미드 방사 도프를 연속 아라미드 섬유로 가공하는 단계.
- [0111] 상기 양태에서, 비연속 아라미드 섬유는, 길이가 바람직하게는 0.1 내지 20mm의 범위, 보다 바람직하게는 1 내지 10mm의 범위인 아라미드 스펙인 것이 바람직하다.
- [0112] 본 출원은 또한 이의 양태들 중 어느 것에 기재된 공정에 의해 얻을 수 있는 연속 아라미드 섬유에 관한 것이다.
- [0113] 본 출원은 또한, 바람직하게는 본 발명의 공정에 의해 얻을 수 있는, 아라미드 및 비-아라미드 중합체를 포함하는 중합체 블렌드를 포함하는 연속 아라미드 섬유에 관한 것이다. 비-아라미드 중합체는 아라미드 이외의 중합

체이다. 바람직하게는, 중합체 블렌드는 (섬유의 중량을 기준으로 하여) 1wt% 이상 99wt% 이하의 아라미드, 바람직하게는 메타-아라미드, 바람직하게는 적어도 20wt%의 아라미드 및 최대 80wt%의 아라미드, 바람직하게는 메타-아라미드를 포함한다.

- [0114] 바람직하게는, 중합체 블렌드는 (섬유의 중량을 기준으로 하여) 50wt% 이상 99wt% 이하의 메타-아라미드를 포함한다. 중합체 블렌드는 1wt% 이상 49wt% 이하의 비-아라미드 중합체를 포함한다. (메타-)아라미드를 포함하는 중합체 블렌드를 포함하는 연속 아라미드 섬유는 "(메타-)아라미드 블렌드 섬유"로 나타낼 수 있다.
- [0115] 본 출원의 문맥에서, 중합체 블렌드는 적어도 두 가지의 거대분자 물질, 중합체 또는 공중합체의 혼합물을 나타낸다. 중합체 블렌드를 포함하는 연속 아라미드 섬유는 황산, (메타-)아라미드 중합체 및 비-아라미드 중합체를 포함하는 방사 도프로부터 생성된다. (메타-)아라미드 중합체 및 비-아라미드 중합체는 혼화성 또는 비혼화성일 수 있다. 중합체 블렌드를 포함하는 섬유는 상이한 중합체들로 제조된 필라멘트의 조합과 상이하다.
- [0116] 바람직하게는, 연속 아라미드 섬유, 특히 (메타-)아라미드 블렌드 섬유의 설폰산 그룹 함량은 적어도 0.001wt% (질량/질량 섬유)이다.
- [0117] 일반적으로, 설폰산 그룹 함량은 1wt% 이하, 바람직하게는 0.5wt% 이하, 보다 바람직하게는 0.3wt% 이하이다. 다르게는, 이는 또한 백만부당부로 표현될 수 있어, 설폰산 그룹 함량은 >1ppm, 바람직하게는 5 내지 300ppm, 보다 바람직하게는 10 내지 100ppm이다.
- [0118] 중합체 블렌드를 포함하는 연속 아라미드 섬유는 또한 아라미드 중합체, 바람직하게는 메타-아라미드 중합체 및 비-아라미드 중합체를 적합한 용매(예를 들면, 황산 또는 아미드 용매)에 용해시켜 방사 도프를 얻고, 연속 섬유를 얻기 위해 공지된 방법에 의해 방사 도프로 가공함으로써 제조될 수 있다.
- [0119] 비-아라미드 중합체는 바람직하게는 천연 중합체, 재생 중합체, 열가소성 중합체 및 아라미드 이외의 강성 로드 중합체 중 적어도 하나로부터 선택된다. 열가소성 중합체는 널리 공지되어 있으며, 예를 들면 아크릴 중합체(예를 들면, 모다크릴), 폴리아미드(예를 들면, 나일론) 및 폴리에스테르를 포함한다. 천연 및 재생 중합체에는 예를 들면 면, 셀룰로오스 및 비스코스(예를 들면, Rayon 또는 Lyocell)이 포함된다. 아라미드 이외의 강성 로드 중합체는 예를 들면 폴리벤즈이미다졸(PBI) 및 폴리벤조비스옥사졸(PBO)이다.
- [0120] 중합체 블렌드는 메타-아라미드, 파라-아라미드 및 비-아라미드 중합체 중 적어도 하나를 포함할 수 있다.
- [0121] 일 양태에서, 중합체 블렌드는 메타-아라미드, 파라-아라미드 및 비-아라미드 중합체를 포함하고, 비-아라미드 중합체는 바람직하게는 대전 방지 섬유를 생성하는 중합체이다.
- [0122] 중합체 블렌드가 (섬유의 중량을 기준으로 하여) 50 내지 98wt%의 메타-아라미드, 1 내지 49wt%의 파라-아라미드 및 1 내지 49wt% 비-아라미드 중합체를, 바람직하게는 55 내지 95wt%의 메타-아라미드, 3 내지 10wt%의 파라-아라미드 및 2 내지 35wt%의 비-아라미드 중합체를 포함하는 양태가 바람직하다.
- [0123] 일 양태에서, 중합체 블렌드는 65 내지 95wt%의 메타-아라미드, 1 내지 34wt%의 파라-아라미드 및 1 내지 4wt%의 비-아라미드 중합체를, 특히 93wt%의 메타-아라미드, 5wt%의 파라-아라미드 및 2wt%의 비-아라미드 중합체를 포함한다. 상기 양태에서, 비-아라미드 중합체는 바람직하게는 섬유에 대전 방지성을 제공할 수 있는 중합체이다. 아크릴 중합체(예를 들면, 폴리아크릴로니트릴), 폴리아미드 및 폴리에스테르는 대전 방지성을 제공할 수 있다. 아크릴 중합체는 전기 전도성 탄소 또는 다른 전도성 미세 입자를 포함할 수 있다.
- [0124] 다른 양태에서, 중합체 블렌드는 파라-아라미드 및 아라미드 이외의 강성 로드 중합체(예를 들면, PBI, PBO)를, 예를 들면 (섬유의 중량을 기준으로 하여) 5 내지 95wt%의 파라-아라미드 및 95 내지 5wt%의, 아라미드 이외의 강성 로드 중합체를, 바람직하게는 10 내지 90wt%의 파라-아라미드 및 90 내지 10wt%의, 아라미드 이외의 강성 로드 중합체를 포함한다.
- [0125] 본 발명의 공정은 메타-아라미드 섬유, 파라-아라미드 섬유 및 시장에서 정기적으로 발생하는 기타 섬유(예를 들면, 대전 방지 섬유)를 포함하는 하이브리드 패브릭의 재활용에 유리하다. 재활용 공정의 상기 양태의 결과로서, 매력적인 성질을 갖는 메타-아라미드 블렌드 섬유가 얻어질 수 있다. 하이브리드 패브릭은 각각 상이한 중합체로 만들어진 세 가지 유형의 섬유로 구성되지만, 메타-아라미드 블렌드 섬유는 이러한 중합체의 조합에서 얻은 중합체 블렌드로 만들어진다.
- [0126] 일 양태에서, 연속 아라미드 섬유, 특히 메타-아라미드 블렌드 섬유는 특히 양이온성 염료가 사용될 때 개선된 염색 거동을 나타낸다.

- [0127] 따라서, 본 출원은 또한 연속 아라미드 섬유, 특히 양이온성 염료를 포함하는 메타-아라미드 블렌드 섬유(상기 정의된 바와 같음)에 관한 것이다.
- [0128] 염색시, 연속 아라미드 섬유, 특히 메타 아라미드 블렌드 섬유는 필라멘트의 전체 단면에 걸쳐 염색된다. 또한, 메타-아라미드 블렌드 섬유는 하나의 염료로 염색된 후 다른 염료로 쉽게 재염색될 수 있다.
- [0129] 일 양태에서, 연속 아라미드 섬유, 특히 메타-아라미드 이외, 바람직하게는 아라미드 이외의 중합체 상을 포함하는 (메타-)아라미드 블렌드 섬유는 유기 용매에서 불용성이며, 이는 섬유의 최대 0.1wt%가 유기 용매에 용해됨을 의미한다.
- [0130] 일 양태에서, 연속 아라미드 섬유, 특히 (메타-)아라미드 블렌드 섬유의 유기 용매 함량은 250ppm 미만, 바람직하게는 100ppm 미만, 보다 바람직하게는 50ppm 미만을 가지며, 이는 (양의 중량을 기준으로 하여) 0.025wt% 미만, 바람직하게는 0.01wt% 미만, 보다 바람직하게는 0.005wt% 미만의 유기 용매 함량에 상응한다. 이는 유기 용매, 특히 NMP(N-메틸 피롤리돈), THF(테트라하이드로푸란) 및 DMAc(디메틸 아세트아미드)의 합한 함량이 250ppm 미만, 바람직하게는 100ppm 미만, 보다 바람직하게는 50ppm 미만임을 의미한다.
- [0131] 유기 용매 함량이 100ppm 미만인 연속 아라미드 섬유는 "실질적으로 유기 용매가 없는" 것으로 나타낼 수 있다. 잔류 유기 용매 함량이 매우 낮은 것은 중합체 블렌드에 함유된 중합체의 중합 동안 사용되는 용매의 결과일 수 있다.
- [0132] 유기 용매 함량은 구체적인 유기 용매에 따라 상이한 방법으로 측정될 수 있다. 일반적으로 가스 크로마토그래피(GC), NMR(핵 자기 공명) 및 MS(질량 분석)가 유기 용매 함량, 예를 들면, 연속 아라미드 섬유의 NMP 또는 DMAc 함량을 측정하는 데 적합하다. 본 발명의 맥락에서, 유기 용매 함량은 기체 크로마토그래피에 의해 측정된다. 약 1.0mg의 섬유를 수집하고 전기로에서 500℃ 초과에서 가열한다. 가스 크로마토그래피(Shimadzu Corporation, Ltd., Model: GC-2010)를 사용하여 섬유로부터 기화되는 아미드 용매의 양을 계측한다. 후속적으로, 아미드계 용매를 표준 샘플로 사용하여 작성한 검량선을 사용하여 섬유의 잔류 용매 농도를 계산한다.
- [0133] 또한, 본 발명의 공정에 의해 얻을 수 있는 연속 아라미드 섬유 또는 상기 기재된 임의의 양태에서의 연속 아라미드 섬유를 포함하는 멀티필라멘트 양이 청구된다.
- [0134] 바람직하게는, 멀티필라멘트 양, 특히 본 발명의 공정에 의해 얻어지는 파라-아라미드 섬유를 포함하는 멀티필라멘트 양의 모듈러스는 적어도 50GPa, 파단 강도(파단시 강도)는 적어도 1,800mN/tex, 파단 연신율은 4% 미만이고, 보다 바람직하게는 모듈러스가 적어도 90GPa, 파단 강도가 적어도 2,200mN/tex 및 파단 연신율이 3.4% 미만이다.
- [0135] 바람직하게는, 멀티필라멘트 양, 특히 본 발명의 공정에 의해 얻어지는 메타-아라미드 블렌드 섬유를 포함하는 멀티필라멘트 양은 파단 강도가 적어도 200 mN/tex, 파단 연신율이 적어도 10%이고, 보다 바람직하게는 파단 강도가 적어도 250mN/tex, 파단 연신율이 적어도 15%이고, 보다 더 바람직하게는 파단 강도가 적어도 300mN/tex, 파단 연신율이 적어도 20%이다.
- [0136] 파단 강도 및 모듈러스는 ASTM D1776에 따라 20℃, 65% 상대 습도에서 14시간 동안 컨디셔닝한 후 ASTM D7269에 따라 측정된다.
- [0137] 따라서, 멀티필라멘트 양은 100% 버진 아라미드 중합체로부터 방사된 멀티필라멘트 양과 유사한 성질을 가질 수 있다.
- [0138] 그러나, 본 발명의 공정은, 공정에 필요한 버진 아라미드 중합체가 더 적거나 전혀 없기 때문에, 기계적 성질들이 더 낮지만 보다 더 낮은 비용으로 생산되는 연속 아라미드 섬유, 특히 멀티필라멘트 양을 제조하는 데에도 사용될 수 있다. 본 발명의 공정 및 이에 의해 얻어지는 섬유를 사용함으로써, 보다 지속 가능하고 순환되는 아라미드 생산 공정이 사용 가능하여, 연속 아라미드 섬유의 탄소 발자국을 줄일 수 있다.
- [0139] 본 출원은 또한 상기한 바와 같은 멀티필라멘트 양 또는 연속 아라미드 섬유를 포함하는 텍스타일 시트, 바람직하게는 패브릭에 관한 것이다.
- [0140] 본 발명의 섬유, 특히 메타-아라미드 블렌드 섬유는 텍스타일 적용, 예를 들면, 편물 및 직물 패브릭을 포함하는 텍스타일 시트, 호스의 보강재로서 사용되는 코드, 보호복, 특히 내화성 적용에서 사용될 수 있다.
- [0141] 따라서, 본 출원은 또한 텍스타일 시트를 포함하는 보호복에 관한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0142] 본 발명은 하기의 비제한적인 실시예에 의해 추가로 예시된다.

[0143] 실시예 1: 건조 펄프의 용해 및 방사

[0144] 아라미드 펄프(Twaron® 펄프 유형 1092)를 <1.5%의 수분 함량으로 건조하였다. 상기 건조된 펄프를 99.8%의 고체 황산과 혼합하여 아라미드 농도가 대략 19.8wt%인 방사 도프의 제조에 사용하였다. 혼합은 Nauta 믹서(Hosokawa, 1,000L)에서 20시간 동안 수행하였다. 8℃의 온도에서 혼합을 시작하고, 혼합 동안 온도를 20℃의 최종 온도로 증가시켰다(방사 도프 1).

[0145] 동일한 방법으로 버진 아라미드 중합체(p-페닐렌 테레프탈아미드)와 황산을 배합하여 아라미드 방사 도프를 제조하였다(방사 도프 2).

[0146] 방사 도프 둘 다로부터 그리고 두 방사 도프의 50:50 혼합물로부터 건식 제트 습식 방사 방법을 사용하여 멀티필라멘트 아라미드 안을 방사했다. 이는 액체 방사 도프를 얻기 위해 85℃로 가열되는 혼련기에 고체 방사 도프를 투입하여 수행되었다. 혼련기에서, 도프는 유출구로 이동되어 일련의 펌프에 공급된다. 여과 후, 액체 방사 도프는 59μm의 구멍을 1,000개 포함하는 방사구를 통해 인발되는 공기 중으로 압출한 후, 즉시 응고욕으로 이동하였다. 응고 후, 형성된 필라멘트를 응고욕에서 제거하고, 세척하고, 중화하고, 다시 세척하고, 건조시키고, 보빈에 권취하였다. 안은 대략 930dtex의 선밀도로 방사되었다.

[0147] 세 가지 멀티필라멘트 안에 대한 기계적 성질들을 ASTM D1776에 따라 20℃, 65% 상대 습도에서 14시간 동안 컨디셔닝한 후 ASTM D7269에 따라 측정하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

표 1

표 1: 멀티필라멘트 안의 성질들

샘플	아라미드 유래	파단 강도 (mN/tex)	모듈러스 (GPa)	파단 연신율 (%)
1 (비교)	100% 버진 아라미드 중합체	2547	105	3.2
2 (본 발명)	50% 아라미드 펄프/ 50% 버진 아라미드 중합체	2570	107	3.2
3 (본 발명)	100% 아라미드 펄프	2513	107	3.2

[0148]

[0149] 표 1에 제시된 결과는 아라미드 펄프로 제조되거나, 아라미드 펄프와 버진 아라미드 중합체의 혼합물을 기반으로 하는 방사 도프로부터 제조된 안이, 버진 아라미드 중합체를 기반으로 하는 방사 도프로부터 제조된 안과 유사한 성질들을 가짐을 보여준다. 이는 본 발명의 재활용 접근법의 효율성을 보여준다.

[0150] 실시예 2

[0151] 아라미드 방사 도프를 1:1 비의 6mm 쏘켓 아라미드 섬유(Twaron®, T1080)와 버진 아라미드 중합체(p-페닐렌 테레프탈아미드)의 고체 사전 혼합물을 기반으로 제조하였다. 동일한 양의 6mm 쏘켓 아라미드 섬유 및 버진 아라미드 중합체를 배럴에 칭량하여 롤러뱅크에 64시간 동안 배치했다. 그 후, 혼합물을 99.8%의 고체 황산과 혼합하여 아라미드 농도가 대략 19.8wt%인 방사 도프의 제조에 사용하였다. 혼합은 Nauta 믹서(Hosokawa, 1,000L)에서 20시간 동안 수행하였다. 8℃의 온도에서 혼합을 시작하고, 혼합 동안 온도를 20℃의 최종 온도로 증가시켰다(방사 도프 3).

[0152] 또한, 6mm 쏘켓 아라미드 섬유와 버진 아라미드 중합체의 1:1 혼합물 대신 100% 6mm 쏘켓 아라미드 섬유와 황산을 배합하여 유사한 방식으로 아라미드 방사 도프를 제조하였다(방사 도프 4).

[0153] 방사 도프 2(100% 버진 아라미드 중합체), 방사 도프 3 및 방사 도프 4로부터, 멀티필라멘트 안을 실시예 1과 동일한 방식으로 방사하였다. 다시, 안의 기계적 성질들을 측정하였다. 기계적 성질들을 표 2에 나타낸다.

표 2

표 2: 멀티필라멘트 yarn의 성질들

샘플	아라미드 유래	파단 강도 (mN/tex)	모듈러스 (GPa)	파단 연신율 (%)
1 (비교)	100% 버진 아라미드 중합체	2547	105	3.2
4 (본 발명)	50% 아라미드 숏컷/ 50% 버진 아라미드 중합체	2508	106	3.2
5 (본 발명)	100% 아라미드 숏컷	2307	93	3.3

[0154]

[0155] 표 2의 결과는 재활용된 아라미드 섬유를 포함하는 방사 도프가 100% 버진 아라미드 중합체로 제조된 멀티필라멘트 yarn에 필적하는 기계적 성질들을 갖는 멀티필라멘트 yarn을 생성할 수 있음을 다시 보여준다.

[0156]

실시예 3

[0157]

본 실시예는, 본 특정 예에서는 93wt%의 메타-아라미드 섬유, 5wt%의 파라-아라미드 섬유 및 2wt%의 아크릴계 대전 방지 섬유로 만들어진 섬유들의 혼합물로 만든 패브릭의 재활용을 보여준다. 패브릭을 최대 치수가 20mm 인 작은 조각으로 파쇄했다. 후속적으로, 액체 황산을 섬유에 첨가하고, SpeedMixer(DAC 800)를 사용하여 섬유를 용해시켜 16wt% 섬유를 기반으로 하는 방사 도프 배치를 제조하였다. 60℃의 최대 온도를 유지하기 위해 1,400rpm으로 90초간 혼합하였다.

[0158]

여러 배치의 방사 도프를 용기에서 조합했다(방사 도프 5). 방사 도프를 35℃로 가열된 트윈 스크류 압출기에 연속적으로 공급하였다. 압출기 후, 액체 방사 도프를 여과하고, 65μm의 구멍을 106개 포함하는 방사구를 통해 인발되는 공기 중으로 압출한 후, 즉시 응고욕으로 이송하였다. 응고 후, 형성된 필라멘트를 응고욕에서 제거하고, 세척하고, 중화하고, 다시 세척하고, 건조시키고, ~280℃에서 열처리하고, 보빈에 권취하였다. 응고 후, 세척 동안, 그리고 열처리 동안 인발을 적용하였다.

[0159]

이렇게 제조된 멀티필라멘트 yarn의 기계적 성질들을 표 3에 나타낸다.

표 3

표 3: 재활용된 아라미드-하이브리드 패브릭으로 제조된 멀티필라멘트 yarn의 기계적 성질들

샘플	아라미드 유래	파단 강도 (mN/tex)	선밀도 (dtex)	파단 연신율 (%)
6 (본 발명)	93%의 메타-아라미드, 5%의 파라-아라미드 및 2%의 아크릴계 대전 방지 섬유로 이루어진 파쇄된 패브릭	343	233	21.3

[0160]

[0161]

표 3의 결과는 아라미드를 포함하는 섬유들 중 상이한 중합체로 이루어진 섬유들의 혼합물로 이루어진 패브릭이 다양한 용도에 적합한 성질들을 갖는 필라멘트 yarn으로 방사될 수 있음을 보여준다.

[0162]

염색시, 본 발명의 공정으로 얻은 섬유는 일반 메타-아라미드 섬유(Teijinconex® Neo)와 비교하여 도 1과 같이 필라멘트 단면 전체에 걸쳐 염료의 향상된 침투를 보여준다. 도 1은 염색 전(좌측 이미지, 샘플 6) 및 청색 염료로 염색한 후(중앙 이미지)의 재활용된 yarn의 단면 이미지를 보여준다. 우측 이미지는 버진 메타-아라미드 중

합체(재활용 없음)로부터 얻고 샘플 6과 동일한 염료로 염색한 일반 메타-아라미드 섬유(Teijinconex® Neo)를 보여준다. 도 1로부터, 재활용된 섬유의 염색시, 염료는 필라멘트의 코어까지 모든 완전히 침투함을 관찰할 수 있다. 대조적으로, 일반 메타-아라미드 섬유의 염색시, 필라멘트의 코어는 염색되지 않은 채로 남아 있다.

도면

도면1

