

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
D06M 15/39
D06M 13/16

(45) 공고일자 1989년11월25일
(11) 공고번호 89-004736

(21) 출원번호	특1987-0000169	(65) 공개번호	특1988-0009164
(22) 출원일자	1987년01월12일	(43) 공개일자	1988년09월14일
(71) 출원인	이승인		
	인천직할시 북구 산곡동 307 현대아파트 115동 602호		

(72) 발명자 이승인
인천직할시 북구 산곡동 307 현대아파트 115동 602호
(74) 대리인 박희규

심사관 : 유동일 (책자공보 제1695호)

(54) 셀룰로오즈계 필라멘트의 방사후 처리용 유제 및 이를 사용한 셀룰로오즈계 필라멘트의 제조 방법

요약

내용 없음.

명세서

[발명의 명칭]

셀룰로오즈계 필라멘트의 방사후 처리용 유제 및 이를 사용한 셀룰로오즈계 필라멘트의 제조방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 셀룰로오즈계 필라멘트의 방사후 처리용 유제 및 이를 사용한 셀룰로오즈계 필라멘트의 제조방법으로서, 비스코스 레이온 필라멘트, 디 아세테이트 레이온 필라멘트와 같은 셀룰로오즈계 필라멘트에 있어서, 방사후 유제처리에 의하여 섬유비정부분의 셀룰로오스 분자와의 결합 또는 가교 결합을 침투제인 계면활성제의 작용으로 섬유의 팽윤도를 낮게 하며, 필라멘트의 자유수축이 이루어 지도록 하여 가연수의 자연증가로 필라멘트의 인장강력이 커지며, 섬도가 균일하고 표면의 평활한 우수한 사조를 제조하는 방법에 관한 것이다.

현재까지 비스코스 레이온 필라멘트의 원심식 방식에서는 케이크를 유제 처리하여 탈수후 턴넬식 건조기에서 약 70-100시간 건조시켜야 하며, 턴넬식 건조기에서 케이크의 내외부 균일 건조를 하기 위하여 고온 저습 건조를 해야 하였다.

일반적으로 방사시 케이크 외측은 장력이 걸린 상태에서 조밀하게, 딱딱하게 감겨 있고, 케이크 내측은 크게 장력이 걸려 있지 않아 수축이 잘되어 내부의 (歪)가 발생하지 않으므로 건조시의 온도 조건 및 건조속도는 많은 영향을 주게 된다. 따라서 만일 빨리 건조시키면 케이크 표면이 쉽게 건조되어 수축력이 생기나 케이크 외측은 자유수축이 잘 안되어 장력을 가한 상태에서 건조가 되어 내부에 (歪)가 발생하게 된다. 따라서 케이크 외측과 내측의 수축차가 균일치 않아 많은 섬도차가 발생하게 된다. 또한 케이크 내외부의 균일 건조를 위하여, 고주파 가열방식을 사용하는 경우도 있으나, 이는 매우 고가이므로 원가 상승을 초래하는 결과를 초래하는 결점이 있다.

종래에는 셀룰로오즈계 필라멘트의 방사후 유제 처리에 사용하는 유제로써는 비이온계 유제 또는 비이온계 유제와 음이온계 유제와의 혼합물이 사용되어 왔으나, 근래에 계면활성제가 발달되어 기재(基劑)로서는 음이온, 양이온, 비이온 활성제 또는 이들의 병용이 많이 사용되어 왔으나, 양이온 활성제는 사용되어진바 없다.

본 발명에서는 아래와 같이 조성된 유제를 사용하여 셀룰로오즈계 필라멘트의 섬유 내부에 알킬 폴리리아민유도체인 계면 활성제와 폴리 옥시 에틸렌 알킬 에틸형의 계면활성제의 혼합액의 침투분산 촉매 작용으로 노소수지를 침투시켜 섬유분자와 결합 또는 가교 결합을 하도록 하여 팽윤도가 낮은 사조를 형성시키는 방법으로 본 발명에 사용되는 유제는 다음과 같다.

(1) 콘오일(CONE OIL) : 0.4-4%(비스코스 레이온 필라멘트의 경우 : 0.4-1%, 디 아세테이트 필라멘트의 경우 : 2-4% 영국 TAL-CONING OILS사 제품 MULTICONE NP-2를 사용함.)

단, 130℃ 이상에서 기화되는, 물/기름(W/O)형인 콘오일은 기름/물(OW)형으로 만들어서 사용함.

(2) 계면활성제(침투제) : 0.001-0.04%(알킬 폴리리아민(ALKYL POLYAMINE) 유도체인 양이온인 수용액 에멀존(Emulsion) 계면활성제와 폴리 옥시에틸렌 알킬 에탈(POLY OXY ETHYLENE ALKYL ETHER)형 계면활성제의 혼합액을 사용함. 예를들면, 일본 마쓰모토 유지 제약주식회사 제품 계면활성제ZONTES TA-

460-15(20)와 ACTINOL R-100의 혼합액(혼합비율 100:1). 사용함.)

(3) 수지 : 0.02-0.5% 뇨소수지를 사용하며, 예를들면 디 메치롤(DIMETHYROL) 뇨소수지를 사용함(비스코스 레이온 필라멘트의 경우 : 0.02-0.25% 디 아세테이트 필라멘트의 경우 : 0.04-0.5%)

(4) 촉매 : 0.0001-0.025% 수지화용 촉매 : 유기산, 예를들면, (CH_3COOH)를 사용함.

여기서 %는 후처리 전용액에 대한 비율임.

이하 본 발명의 실시를 위한 셀룰로오즈계 필라멘트의 방사후 유제처리를 비스코스 레이온 필라멘트의 경우와 디 아세테이트 필라멘트의 경우로 나누어서 구체적으로 상술하면 다음과 같다.

(㉠) 비스코스 레이온 필라멘트의 경우 : 비스코스 레이온 필라멘트를 방사후 케이크(Cake) 상태로 상기 특수 유제로 처리한후 탈수해서 턴넬(Tunnel)식 건조기에서 건조한다. 이때에 턴넬식 건조기중에서 케이크 필라멘트의 자유수축이 이루어져 케이크 내외층의 균일 건조가 이루어지며 다음과 같은 작용으로 우수한 섬유 사조를 얻을 수 있는 것이다. 즉, 필라멘트의 비정부분에 침투한 뇨소수지가 필라멘트 셀룰로오즈 분자와의 결합 또는 가교 결합이 유제중의 계면활성제 알킬 폴리 아민유도체, 폴리 옥시 에틸렌 알킬 에틸렌의 계면활성제와 침투 촉매 작용으로 비정부분에서 이루어져 필라멘트의 팽윤도가 낮아진 사조를 형성하게 된다.

유제중의 유기산으로 유제의 PH를 5-6정도가 되도록 하면 침투 촉매 작용이 매우 활발해져 결합 반응이 잘된다.

섬유 표면에 부유하는 뇨소분자는 계면활성제 폴리 옥시 에틸렌 알킬 에텐의 침투 분산 작용으로 섬유 비정부분에 고루 분산되어 결합 촉매 작용을 도와준다.

두 계면활성제의 혼합 사용으로 계면활성제의 성능을 효과적으로 발휘한다. 이리하여 적당량의 뇨소수지의 사용으로 뇨소와 셀룰로오즈 분자와의 결합이 이루어지도록 하고 결합하지 않은 수지가 없도록 한다. 수지가 남아 들어가지 않도록 한다. 케이크 필라멘트가 방사시 연신상태로 감겨져 있어 건조가 진행됨에 따라 축소된다.

섬유 비정 부분에 침투한 수분은 건조 진행에 따라 증발하며 촉매 작용을 다한 계면활성제 알킬 폴리 아민 유도체가 콘 오일과 같이 섬유표면으로 축출된다.

섬유 표면에 축출된 알킬 폴리 아민 유도체는 건조가 진행됨에 따라 섬유표면에 부착 또는 아민기가 셀룰로오즈 분자의 애기와 결합되어 콘오일과 같이 유연 평활제가 되어 섬유표면의 모우(毛羽)를 잠재워 없애준다.

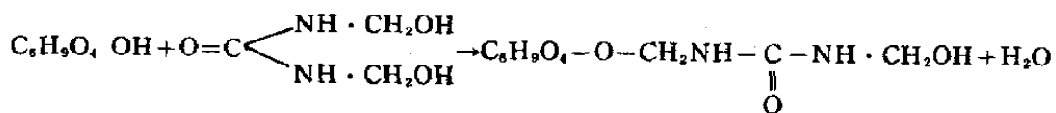
뇨소수지의 매치롤(METHYROL)기- $\text{NH} \cdot \text{CH}_2 \text{OH}$ 와 셀룰로오즈 분자의 애가 결합됨에 따라 섬유 팽윤도가 낮아지고 건조로 수지화(樹脂化)가 진행되어 수지의 집속성(集束性), 축소성 때문에 섬유의 부피가 축소된다. 특히 섬유 비정 부분의 부피의 축소로 이부분에 남아 있던 계면활성제와 콘오일이 수분 증발시 섬유 표면으로 축출된 것처럼 섬유 표면으로 축출되어 부착함으로 유연, 평활제가 되어 섬유 표면에 발생한 모우를 없애주고 모우 발생을 방지한다.

이리하여 조밀하고 딱딱하게 감겨져 있는 케이크 필라멘트와 필라멘트가 섬유 부피의 축소와 섬유 표면에 부착된 계면활성제와 콘오일의 평활성 등으로 더 잘 분리되며 자유 수축이 되면서 연신 상태로 가늘하게 감겨져 있는 케이크 외측 필라멘트 섬도가 높아져 균일 섬도가 된다. 또한 방사시 가해진 연수(燃數)가 자유수축으로 자동적으로 증가된다. (표2-A-1참조)

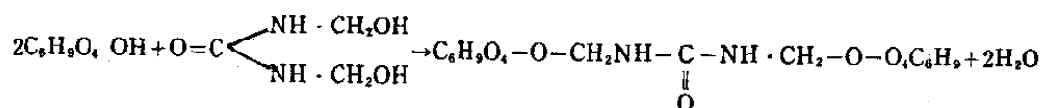
섬유 부피가 축소되면서 케이크 필라멘트가 점차적으로 자동 분리되어 자유 수축에 의해 연수가 증가된다. 이리하여 케이크 외측에서 내측으로 수분증발로가 형성되어 섬유의 자유 수축과 건조가 순차적으로 이루어지고 섬도가 균일하며 모우가 없는 좋은 비스코스 레이온 필라멘트가 생산된다.

또한 뇨소수지와 필라멘트간의 결합 또는 가교 결합의 화학적 반응은 아래와 같다.

결 합



가교결합



종래에는 원심식 방사에서는 턴넬식 건조 기중에서 약 70-100 시간 건조한 케이크를 실온에서 다시 약 12시간 방치한후, (1) 케이크 상태로 사용함.

(2) 리와인딩하여 타래나 콘으로 사용함.

본 특수 유제 처리된 케이크로 종전대로 턴넬식 건조기중에서 약 70-100시간 건조한 케이크를 실온에서 다시 12시간 정도 방치한후, (3) 케이크 상태로 사용함.

(4) 리와인딩하여 타래나 콘으로 사용함.

자유 수축으로 균일 건조가 성도가 되 고른 품질이 된다.

리와인딩의 인장 연신으로 셀룰로오스 분자의 배열도가 높아진다.

콘으로 리와인딩 할시 본 특수 유제 처리로 필라멘트 표면에 콘 오일이 균일하게 분포되어 있고 계면 활성제의 평활성 때문에 별도로 콘오일이 필요 없다.

특별히 다른 방법은 터널식 건조기 중에서 30-40시간 정도 건조시킨 케이크를 실온에서 12시간 정도 방치한 다음 콘와인딩 앞에 설치한 특수 건조기를 통하여 고온 고습으로 열처리 해가면서 연신시켜 섬유 배열도를 높여 인장 강력을 증가시키고 (표 2-A-1), 섬도의 균일화가 되도록하여 콘으로 사용한다. 이리하여 건조비를 절약하고 섬도가 고르며 인장 강력이 증가된 모우가 없는 필라멘트를 콘으로 사용한다. 터널식 건조기에서 30-40시간 건조한 케이크는 약 40%밖에 건조되어 있지 않다.

비스코스 레이온 필라멘트 케이크의 외측과 사이에는 약 2데니어(2d)정도 섬도차가 있으나 콘와인딩이 진행됨에 따라 케이크 두께가 얇어지고 실이 끌려 나오는 저항이 커진다.

또 콘의 필라멘트 직경이 차차 커져서 와인딩 속도가 빨라져 필라멘트가 열판상에서 고온습식으로 연신되어 섬도가 균일하게 된다. 케이크 필라멘트 전체장이 5-7% 이상 증가된다.

전술한 바와같이 터널식 건조기중에서 약 40시간 건조한 케이크의 수분 함유량이 50-60% 이지만 필라멘트가 이 특수 건조기의 레푸롱 코팅 원호상에서 마찰 연신으로 개개의 필라멘트로 분리된 건조 표면이 커지면서(정전기 발생으로) 증발이 잘되어 쉽게 건조된다.

건조시 필라멘트 내부의 수분이 증발하면서 계면활성제 알킬 폴리 아민 유도체와 콘 오일이 섬유 표면으로 축출되어 유연, 평활제가 되어 섬유와 동판사이의 마찰을 작게 해주며, 또한 섬유표면에 부착된 계면활성제와 콘오일 때문에 섬유표면의 모우를 잠재워 주고 모우가 생기지 않도록 한다.

이리하여 본 발명은 우수한 비스코스 레이온 필라멘트의 사조를 얻을 수 있다.

[실시예 1]

원진 레이온주식회사에서 생산한 비스코스 레이온 필라멘트(120d)의 방사후 케이크 상태 유제 처리에 있어서, 본 발명 특수 유제의 의한 처리와 방식에 의한 비교 처리에 따른 섬유의 물성 시험결과는 표2-A-1과 같다.

표 2-A-1에 따르면 본 발명 특수 유제에 의하여 유제 처리된 섬유는 자유수축에 의하여 연수가 3.7 증가함에 비추어 종래 방식에 의하여 유제처리된 섬유는 0.4 감소하며 섬도에 있어서는 본 발명품이 1.2증가하고 있음.

[표 2-A-1] 유제시험 결과

항 목	규 격	규 격	시 료 (SAMPLE)					
			A	B	C	D	X	증 감
섬 도	118±2	SQ-1	121.8	120.7	121.0	121.2	121.2	+1.2
		비 교	118.5	118.5	118.7	118.6		0
건강도	1.65 이상	SQ-1	1.74	1.77	1.75	1.75	1.75	
		비교	1.71	1.72	1.04	1.71	1.72	
건신도	18.0 이상	SQ-1	21.2	20.2	20.4	20.6	20.6	
		비교	21.1	20.7	20.8	20.9	20.9	
습강도	0.8 이상	SQ-1	0.83	0.86	0.83	0.84	0.84	
		비교	0.86	0.87	0.82	0.86	0.85	
습신도	24.0 이상	SQ-1	32.4	31.2	29.9	31.2	31.2	
		비교	30.2	30.0	30.7	29.8	30.2	
연 수	80	SQ-1	84.4	83.6	83.2	83.7	83.7	+3.7
		비교	76.0	80.5	80.8	81.0	79.6	-0.4
유분		SQ-1	0.13	0.09	0.11	0.11	0.11	
		비교	0.13	0.13	0.12	0.14	0.13	

SQ-1 : 현재 사용하고 있는 유제 농도 0.5% (전용 액에 대한 비율)중 0.1% 만을 특수 유제로 대치한 것.

VISCOSE RAYON FILAMENT 120d

(ㄴ) 디 아세테이트 필라멘트의 경우

(1) 디 아세테이트 필라멘트는 방사후 유제처리를 로울러 오일링하여 무연식(無 燃式)과 가연식(加 燃式)두가지 방식으로 권취된다

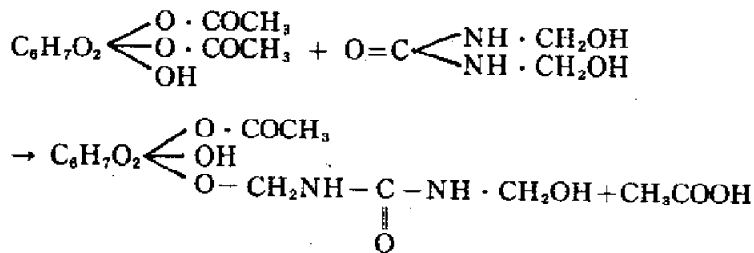
무연식으로 권취된 아세테이트 필라멘트는 뇨소수지의 메칠롤리(-NHCH₂OH)가 섬유 내부에서 디 아세테이트 분자와 계면활성제의 침투 분산 촉매 작용으로 결합하여 팽윤도가 낮은 사조를 형성한다.

시간이 경과함에 따라 수분은 차차 건조되고 수분증발시 계면활성제는 섬유 내부에서 섬유 표면으로 축출되어 유연, 평활제가 되어 결합 또는 부착된다. 건조가 진행됨에 따라 뇨소수지의 수지화로 (특수 유제 처리후 약 12시간 후) 섬유의 집속력 축소성이 생기고 뇨소수지가 디아세테이트사의 아세틸(ACETHYL)기-OCOCH₃와 결합하여 팽윤도가 낮아져 있기 때문에 섬유 내부의 부피가 축소됨으로 이부분에 남아 있던 계면활성제가 섬유표면으로 축출되 부착 또는 결합하여 유연, 평활제가 된다.

섬유 부피의 축소와 섬유 표면의 특수 평활제 ZONTESTA-460-15(20)의 평활성 때문에, ① 가연식으로 권취된 디 아세테이트 필라멘트사도 자유수축이 이루어져 가연된 연수가 자동적으로 증가하고, ② 방사시 섬유표면에 발생한 모우가 없어지고, 모우의 발생을 방지해 주며, ③ 무연식으로 권취된 디 아세테이트 필라멘트를 다시 가연기에서 가연할때 가연의 인장으로 결합된 디 아세테이트사 분자의 배열도가 향상되어 실의 인장강력이 증가된다.

또한 뇨소수지와 디 아세테이트사의 결합과 뇨소수지의 수지화로 실의 부피가 축소되고 가연으로 축소될 섬유의 부피가 더 잘 축소 되면서 가연됨으로 가연가공시 연사완전율(燃絲完全率)이 매우 좋아진다.

(2) 뇨소수지의 메칠롤기 -NH·CH₂OH와 디 아세테이트 필라멘트의 아세틸기 -C·COCH₃가 결합하는 반응은 다음과 같다.



[실시예 2]

본 발명 특수 유제의 농도를 약간 높은 선경합성주식회사에서 생산한 디 아세테이트 필라멘트를 유제 처리하여 인장하여 건조시켜 콘와인딩한 것을 일본 데이징 디 아세테이트 필라멘트와 비교 시험한 결과는 표 2-B-2, 2-B-3, 2-B-4, 와 같으며 본 발명에 의한 섬유가 일본 데이징 경우 보다 우수함을 알 수 있다.

[표 2-B-2] : 전수축 TS

하 중	A 본 발명 유제로 처리한 DIACETATE			B 데이징 DEACETATE		
	80℃	100℃	120℃	80℃	100℃	120℃
1mg	2.9	2.9	1.4	2.1	0.6	0.4
2mg	2.7	1.1	-0.6	2.2	-0.4	-1.1
3mg	2.6	0.9	-1.8	2.3	-0.6	-1.5
4mg	2.0	-0.4	-3.2	1.6	-1.3	-4.6
5mg	1.8	-0.4	-4.6	1.4	-2.0	-5.7

[표 2-B-3] : 전권축을 TC

하 중	A 본 발명 유제로 처리한 DIACETATE			B 데이징 DEACETATE		
	80℃	100℃	120℃	80℃	100℃	120℃
1mg	1.3	1.8	1.1	0.6	0.6	0.6
2mg	0.9	0.7	0.9	0.8	0.6	0.8
3mg	1.3	1.1	1.3	1.4	1.1	1.3
4mg	0.7	0.6	1.5	0.9	1.1	0.9
5mg	1.1	0.4	1.3	1.1	1.1	1.1

[표 2-B-4] : 섬유 수축 FS

하 중	본 발명유제로 처리한 A DIACETATE			B 데이징 DIACETATE		
	80℃	100℃	120℃	80℃	100℃	120℃
1mg	1.3	1.8	1.1	0.6	0.6	0.6
2mg	0.9	0.7	0.9	0.8	0.6	0.8
3mg	1.3	1.1	1.1	1.4	1.1	1.3
4mg	0.7	0.6	1.5	0.9	1.1	0.9
5mg	1.1	0.4	1.3	1.1	1.1	1.1

[실시예 3]

선경합섬주식회사에서 생산한 디 아세테이트 필라멘트의 방사후 유제처리에 있어 본 발명 특수유제를 사용했을 경우와 사용하지 않았을 경우 연사 완전율 및 편실발생율 시험결과를 표2-B-1과 같다.

표2-B-1에서 본 발명 특수 유제를 2.5% 혼합 사용했을 경우, 전혀 사용하지 않았을 경우 보다 연사 완전율 및 편실 발생율은 원등 우수하다.

[표2-B-1] 연사 완전율 및 편실 발생율

항 목	구 분			본 발 명	종 래 법
품경상태	단점사절율(%)			2.1	10.2
	세품수율(%)			95.5	95.65
	연사 완전율(%)			93.5	85.7
제 품 품 질	강 도 (G)			1.181	1.175
	신 도 (%)			24.7	26.3
	O.P.U (%)			1.26	1.13
	마	μ/s	F/F	0.193	0.182
	찰		27M	0.219	0.226
	계	μ/d	60M	0.229	0.241
	수		90M	0.242	0.252
CRELLMIRROR	편실 발생율(%)			0	10
	고려실 발생율(%)			10	20

ROUTONE : 유제율 10.5%의 종래 방사 유제

TEST : 종래 방사유제 8%에 본 발명 특수유제 2.5%를 혼합하여 방사유제율 10.5%로한 유제.

(57) 청구의 범위

청구항 1

콘오일 0.4-4중량%와, 알킬 폴리 아민 유도체로 양이온인 수용액 에멀존 계면활성제와 폴리 옥시 에틸렌 알킬에테르형 계면활성제의 혼합액 0.001-0.04중량%와, 뇨소계수지 0.02-0.5중량%와, 수지화용 촉매 0.0001-0.025중량%, 잔부가물 (H₂O)로 구성되는 것을 특징으로 하는 셀룰로오즈계 필라멘트 방사후 처리용 유제.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 에멀존 계면활성제와 폴리 옥시에틸렌 알킬 에테르형 계면활성제의 혼합제와 폴리옥시 에틸렌 알킬 에테르형 계면활성제의 혼합 비율이 100 : 1인 것을 특징으로 하는 방사후 처리용 유제.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 뇨소계수지가 디메치를 뇨수수지인 것을 특징으로 하는 방사 후처리용 유제.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 수지화용 촉매가 초산인 것을 특징으로 하는 방사 후처리용 유제.

청구항 5

셀루로오즈계 필라멘트 시조의 제조방법에 있어서, 필라멘트의 방사후 제1항의 유제를 사용하여 터널식 건조기에서 건조시킴을 특징으로 하는 셀루로오즈계 필라멘트의 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 유제가 제2항의 유제인 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 7

제5항에 있어서, 상기 유제가 제3항의 유제인 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 8

제5항에 있어서, 상기 유제가 제4항의 유제인 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 9

셀루로오즈계 필라멘트의 가연방법에 있어서, 무연(Non-twisting) 권취된 디 아세테이트 필라멘트에 제1항의 유제를 적용시켜 연사 완전률을 향상시키는 가연방법.